

Université
de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)

Présentée et soutenue par :

Laurent ROSKE

Le lundi 27 avril 2015

Titre :

Packaging de Composants Grand Gap Haute Température et Haute Tension

École doctorale et discipline ou spécialité :

ED GEET : Génie Électrique

Unité de recherche :

Laboratoire Plasma et Conversion d'Énergie (UMR5213)

Directeur(s) de Thèse :

M. Thierry LEBEY, Directeur de recherches au CNRS, Toulouse

M. Jean-Pascal CAMBRONNE, Professeur à l'Université Paul Sabatier, Toulouse

Rapporteurs :

M. Stéphane DUCHESNE, Maître de Conférences à l'Université d'Artois, Béthune

M. Petru NOTINGHER, Professeur à l'université de Montpellier II, Montpellier

Autre(s) membre(s) du jury :

M. Thomas NELIS, Maître de Conférences à la BFH de Bienne, Suisse (Président)

M. Zarel VALDEZ-NAVA, Chargé de recherches au CNRS, Toulouse (Invité)

Remerciements

Ce manuscrit retranscrit les travaux de thèse que j'ai effectués au sein du laboratoire LAPLACE. Durant ma thèse je n'étais pas seul loin de là et il est donc important que j'exprime ma gratitude à ces personnes qui m'ont épaulés durant cette thèse au travers de ces remerciements. Il y a tant de personnes à remercier que je m'excuse par avance des éventuels oublis que je pourrais faire.

Bien entendu, mes premiers remerciements suivants sont adressés à Monsieur Thierry LEBEY et Monsieur Jean-Pascal Cambronne, pour m'avoir encadrés durant ces années de thèse. Un grand merci pour leur encadrement, leur disponibilité, leur connaissance et nos échanges aussi bien professionnels qu'humains.

Je remercie également, Monsieur Zarel VALDEZ-NAVA pour m'avoir fait profiter de son expertise et de ces conseils tout au long de ma thèse.

Je tiens sincèrement à remercier Monsieur Thomas Nelis de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse et Messieurs Petru NOTINGHER et Stephane DUCHESNE d'avoir accepté de rapporter mon manuscrit.

Je tiens aussi à exprimer le plaisir que j'ai eu de travailler au sein du Laboratoire LAPLACE et j'en remercie tous les membres en particulier le directeur du laboratoire Monsieur Christian LAURENT et le responsable du groupe MDCE dans lequel j'ai "grandi" Monsieur Jean-Pascal Cambronne. J'en profite pour remercier tous les membres du groupe MDCE permanents et non-permanents avec une pensée toute particulière à mes deux bureaux où j'ai passé d'excellents moments à travailler, discuter de nos travaux mais aussi de plein d'autres choses qui rendent ces moments passés inoubliables. Alors merci à Elise, Rabih, Thibaut, Lumei, Chafé, Bang, Mateusz et Hélène. Merci aussi à mes bureaux de substitution où j'ai passé des moments à discuter : Thomas, François, Mustapha, Simon, Guillaume, Cédric.

Il ne faut pas oublier que cette thèse ne serait rien sans l'apport des personnels techniques du laboratoire qui m'ont grandement aidé. Je tiens donc à remercier Messieurs Alain BOULANGER, Cédric TRUPIN, Sorin DINCULESCU, Benoit LANTIN, Benoit SCHLEGEL Thierry BERGE, Thierry DELMAS, Sebastien DALLAVA et Jacques SALON et Madame Céline COMBETTES.

Je tiens également à remercier mes collègues doctorants avec qui j'ai passé 3 années magnifiques à discuter, s'amuser mais aussi échanger nos idées. Merci donc à Lucie, Nga, Abdé, Bertrand, Cédric, Simon, Guillaume, Laurent M, Florian, Quyen, Sihem, Thomas P, Mustapha Z et j'en oublie sûrement beaucoup d'autres. Un petit clin d'oeil à Rick qui au-delà d'un simple collègue a su me motiver et m'aider à avancer dans les moments difficiles de ma vie. Je tiens à lui exprimer toutes ma gratitude et ma reconnaissance.

Enfin pour finir cette longue liste de remerciement, je souhaite remercier ma famille et mes amis qui m'ont soutenu durant ces trois ans de thèse. Pour finir je remercie ma femme Luciana que j'ai rencontré ici même au LAPLACE et qui a bouleversé ma vie à jamais en m'apportant amour, joie et bonheur.

A Ma petite Fille Lydia partie trop tôt

Résumé

En électronique de puissance, un des principaux axes de recherche, concerne la montée en température. L'encapsulation et la passivation du module de puissance constituent, sous cette contrainte, des verrous technologiques. En effet, les matériaux polymères habituellement utilisés ne peuvent plus satisfaire des exigences en température fixées dans notre étude à 350°C sans pertes importantes de leurs propriétés diélectriques. L'isolation gazeuse a été alors envisagée et quelques résultats encourageants ont été dégagés.

Le seuil d'apparition des décharges dans des gaz est étudié en vue de leur utilisation dans des modules de puissance à haute température. Deux gaz ont été sélectionnés pour leurs propriétés diélectriques et leurs GWP faibles : l'octafluoropropane (C_3F_8) et l'octafluorocyclobutane ($c-C_4F_8$), l'azote (N_2) faisant référence pour comparaison. Au préalable, une étude sur les céramiques les plus utilisées à haute température est réalisée. Cette étude montre un changement du mécanisme de conduction de l'alumine et de l'AlN passant d'un régime capacitif à un régime résistif et modifiant au passage les propriétés de surface en facilitant l'écoulement des charges dans le volume du matériau tandis que le Si_3N_4 conserve un comportement capacitif et les charges en surface même à haute température. L'échauffement local des gaz met en évidence une diminution du seuil d'apparition des décharges avec la température et ce quel que soit le gaz étudié. La modification de la distance inter-électrodes permet de diminuer la variation du seuil d'apparition avec la température pour de faibles distances. Des expériences complémentaires ont été menées afin de comparer ces résultats à ceux obtenus lors d'un chauffage global. L'utilisation de gaz dans des packaging de puissance s'avère donc prometteuse mais demande une meilleure compréhension et maîtrise des mécanismes en jeu.

Table des matières

Introduction	3
Introduction	11
Chapitre I Etat de l'art : Packaging des composants de puissance haute tension et haute température	15
I.1 Packaging classique des composants de puissance	15
I.2 Limites liées aux hautes températures : la limite du silicium et l'arrivée des semi-conducteurs grand gap	17
I.2.1 La jonction p-n et les porteurs intrinsèques	17
I.2.2 Pertes thermoioniques	18
I.2.3 Choix du semi-conducteur grand gap	18
I.3 Les limites du packaging classique et les nouvelles solutions haute température .	20
I.3.1 Les fils de bondings	20
I.3.2 Le substrat	22
I.3.3 L'attache de la puce	24
I.3.4 Semelle et Dissipateur thermique	25
I.3.5 La couche de passivation et d'encapsulation	26
I.4 Les packaging haute température dans la littérature	26
I.4.1 Technique de contact pressé	26
I.4.2 Technique de contact brasé	27
I.4.3 Technique de contact par dépôt métallique	28
I.4.4 Bilan des modules haute température	31
I.5 Le gaz comme matériau d'isolation ?	32
I.5.1 Solutions d'encapsulations	32
I.5.2 Avantages et inconvénients du gaz	33
I.5.3 Choix du gaz pour l'isolation des modules de puissance : compromis entre propriétés électriques et contraintes écologiques	34
Chapitre II Etude des propriétés des substrats en température	43
II.1 Les différents types de matériaux	43
II.2 Mesure du potentiel de surface	44

II.2.1	Définition	44
II.2.2	Dispositif expérimental	45
II.2.3	Résultats	46
II.3	Mesure par spectroscopie d'impédance	50
II.3.1	Définition	50
II.3.2	Dispositif expérimental	51
II.3.3	Résultats	51
II.4	Mesure de conduction DC	54
II.4.1	Définition	54
II.4.2	Les différents types de conduction	55
II.4.3	Dispositif expérimental	60
II.4.4	Résultats	62
II.5	Conclusion sur les substrats en haute température	67
Chapitre III	Etude de la phase gazeuse	71
III.1	Dispositif expérimental	71
III.1.1	Cahier des charges du dispositif expérimental	71
III.1.2	La croix 6 axes	72
III.1.3	Pompage et système d'injection	72
III.1.4	Connexion haute-tension	74
III.1.5	Détection des DP	75
III.1.6	Connexions internes	77
III.2	Expériences sur les DBC Al_2O_3	79
III.2.1	Procédure expérimentale	79
III.2.2	Résultats	80
III.3	Expérience de chauffage local des substrats céramiques en configuration pointe-plan	82
III.3.1	Test en température	82
III.3.2	Résultats préliminaires sur Al_2O_3 à 1mm	87
III.3.3	Changement du substrat céramique	95
III.3.4	Variation de la distance inter-électrodes	100
III.4	Chauffage global de l'enceinte	106
III.4.1	Protocole expérimental	106
III.4.2	Résultats	106
III.5	Conclusion	112
Conclusion Générale		115
Bibliographie		126
Annexe A	Processus de fabrication de nos échantillons DBC	128

Table des figures

Figure I.1	Structure d'un packaging standard utilisé en électronique basse température [Lebey et al., 2010]	16
Figure I.2	Limites en température des différents éléments du packaging [Dupond, 2006]	16
Figure I.3	Température d'emballage thermique théorique en fonction de la tenue en tension pour les trois types de semi-conducteurs grand gap et le silicium. [Raynaud et al., 2010]	19
Figure I.4	a) Décollement des fils de bonding en Al après 30000 cycles entre 40 et 170°C [Amro et al., 2005] et b) cassure au niveau du pied du fil en Al après 10 cycles entre -55°C et 400°C [Mustain et al., 2005]	22
Figure I.5	Procédés DBC Al_2O_3 . [Schulz-Harder, 2000]	23
Figure I.6	Procédés DBC AlN. [Schulz-Harder, 2000]	24
Figure I.7	Double metal lead-frame [Grummel et al., 2008] a) Vue schématique du concept et b) Prototype réalisé.	27
Figure I.8	Module Denzo refroidi double face [Buttay et al., 2007].	28
Figure I.9	Structure FhG-IZM [Schulz-Harder, 2008].	28
Figure I.10	Etapes technologiques pour la fabrication des structures POL. [Fillion et al., 1994]	29
Figure I.11	Module POL refroidi double face. [Fillion et al., 1994]	29
Figure I.12	Etapes technologiques de fabrication du "Embedded Chip Module" [Yin et al., 2007]	30
Figure I.13	Module Embedded Power avec un refroidissement double-face [Yin et al., 2007].	31
Figure I.14	Procédé de fabrication du module (a), vue en coupe avec attache JFET à base de nanopoudre d'argent (b) et module encapsulé par le gel (c) [Ning et al., 2010].	32
Figure I.15	Courbes de Paschen dans différents gaz [Papoular, 1963].	33
Figure I.16	Relation entre tenue diélectrique relative à l'azote et la température d'ébullition [Devins, 1980].	36
Figure I.17	Echantillons testés en configuration "creepage" et "flashover".	38
Figure I.18	Seuil d'apparition des décharges dans des gaz fluorocarbonés (noir et rouge) et de l'azote (violet) en fonction de la température.	38

Figure II.1	Moulin à champ	45
Figure II.2	Dispositif expérimental du potentiel de surface	45
Figure II.3	Décroissance du potentiel de surface de a) Al_2O_3 , b) AlN et c) Si_3N_4 pour différentes températures.	47
Figure II.4	Différents processus de neutralisation de la charge déposée sur un iso- lant [Molinie and Llovera, 2000]	47
Figure II.5	Décroissance du potentiel des trois céramiques à 25°C	49
Figure II.6	Potentiel de surface isochrone de chaque céramique en fonction de la température	49
Figure II.7	Photographie du Novocontrol Alpha-A	51
Figure II.8	Déphasage en fonction de la fréquence de a) Al_2O_3 , b) AlN et c) Si_3N_4 pour différentes températures.	52
Figure II.9	Module de l'impédance Z en fonction de la fréquence de a) Al_2O_3 , b) AlN et c) Si_3N_4 pour différentes températures.	52
Figure II.10	Valeur du déphasage à isofréquence pour différentes températures. . . .	53
Figure II.11	Valeur de la pente de $ Z $ à basse fréquence pour différentes températures. .	53
Figure II.12	Evolution des courants de polarisation et de dépolarisation lors de l'ap- plication d'un créneau de tension [Ségui, 2000].	55
Figure II.13	Diagramme des bandes d'énergies à l'interface métal-isolant.	56
Figure II.14	Caractéristiques courant-tension d'un phénomène lié au courant limité par charge d'espace.	57
Figure II.15	Diagramme de bande dans le cas de l'effet Poole-Frenkel [Ségui, 2000]. .	59
Figure II.16	Vue Schématique d'un échantillon pour la mesure de la conduction volumique	60
Figure II.17	Photographie d'un échantillon d'alumine recouvert d'électrodes en or .	60
Figure II.18	a) Technique de mesure de resistivité de volume b) Photographie du porte-échantillon	61
Figure II.19	Courbe de polarisation de l'alumine à 200°C en fonction du temps pour plusieurs tensions.	62
Figure II.20	Caractéristiques (Log J -Log E) en fonction de la température sur Al_2O_3 [Talbi et al., 2007].	62
Figure II.21	Caractéristiques (Log J -Log E) en fonction de la température sur Al_2O_3	63
Figure II.22	Courbe $I(t)$ de l' AlN à 250°C	64
Figure II.23	Courbe $I(t)$ en échelle logarithmique de l' AlN à 200°C et 1000V	64
Figure II.24	Courbe $J(E)$ de l' AlN en échelle logarithmique [Breit et al., 2001] . . .	64
Figure II.25	Courbe $J(E)$ en échelle logarithmique de l' AlN à 200°C et 250°C	64
Figure II.26	Courbe $I(t)$ en échelle linéaire et logarithmique du Si_3N_4 pour diverses températures	65

Figure II.27	Caractéristiques ($\ln J - E^{1/2}$) en fonction de la température sur Si_3N_4 .	66
Figure II.28	Caractéristiques ($\ln I/V^2 - 1/V$) en fonction de la température sur Si_3N_4 .	66
Figure II.29	Courbe $J(E)$ en échelle logarithmique du Si_3N_4 pour différentes températures	67
Figure III.1	Renforcement de la croix	73
Figure III.2	Pompe primaire et jauge à cathode froide	73
Figure III.3	Détendeur et vanne de réglage	73
Figure III.4	Soupape de sécurité	74
Figure III.5	Ligne d'évacuation des gaz	74
Figure III.6	Passage sous vide haute-tension	74
Figure III.7	Banc de détection des décharges partielles a) Photographie et b) Schéma électrique équivalent	76
Figure III.8	Vue de face et de dessus du porte-échantillon	77
Figure III.9	Photographie de l'ensemble pointe, porte-pointe et canon en Macor	78
Figure III.10	Vue du dispositif à l'intérieur de l'enceinte	78
Figure III.11	Régulation de la température en fonction de la consigne de l'Eurotherm	78
Figure III.12	Photographie du DBC après découpe	79
Figure III.13	Reproductibilité des seuils d'apparition des décharges sur les DBC Alumine dans l'azote à température ambiante.	80
Figure III.14	Photographies de DBC après décharges a) Présence de "canaux" sur l'alumine b) Erosion de l'électrode de cuivre.	82
Figure III.15	Schéma du porte-échantillon en a) vue de dessus pour visualisation des configurations 1 et 2 et en b) Vue de face pour visualisation des configurations 3 et 4.	83
Figure III.16	Evolution de la pression mesurée en un point de l'enceinte en fonction de l'échauffement local de température	87
Figure III.17	Evolution du seuil d'apparition des décharges en fonction de la température pour les 3 gaz en configuration pointe-plan Alumine ($g=1\text{mm}$)	88
Figure III.18	Schéma équivalent simplifié de la décharge pointe-plan Alumine.	89
Figure III.19	Evolution de la permittivité de l'alumine en fonction de la température pour une fréquence de 50Hz.	90
Figure III.20	Evolution de la tension aux bornes de l'azote en fonction de la température	90
Figure III.21	Evolution des signatures PRPD dans l'azote en fonction de la température	92
Figure III.22	Evolution des signatures PRPD dans C_3F_8 en fonction de la température	93
Figure III.23	Evolution des signatures PRPD dans $\text{c-C}_4\text{F}_8$ en fonction de la température	94

Figure III.24	Evolution du seuil en fonction de la température pour a) N_2 b) C_3F_8 et c) $c-C_4F_8$ pour deux substrats différents en configuration pointe-plan ($g=1mm$).	96
Figure III.25	Comparaison des signatures PRPD dans N_2 en fonction de la température pour une distance de 1mm avec un substrat de Al_2O_3 et de Si_3N_4	97
Figure III.26	Comparaison des signatures PRPD dans C_3F_8 en fonction de la température pour une distance de 1mm avec un substrat de Al_2O_3 et de Si_3N_4 . .	98
Figure III.27	Comparaison des signatures PRPD dans $c-C_4F_8$ en fonction de la température pour une distance de 1mm avec un substrat de Al_2O_3 et de Si_3N_4	99
Figure III.28	Evolution du seuil en fonction de la température pour a) N_2 b) C_3F_8 et c) $c-C_4F_8$ pour différentes distances pointe-plan Alumine.	101
Figure III.29	Evolution relative du seuil en fonction de la température pour a) N_2 b) C_3F_8 et c) $c-C_4F_8$ pour différentes distances pointe-plan Alumine.	102
Figure III.30	Comparaisons des signatures PRPD dans N_2 en fonction de la température pour une distance de 1mm et 100 μm	103
Figure III.31	Comparaisons des signatures PRPD dans C_3F_8 en fonction de la température pour une distance de 1mm et 100 μm	104
Figure III.32	Comparaisons des signatures PRPD dans $c-C_4F_8$ en fonction de la température pour une distance de 1mm et 100 μm	105
Figure III.33	Evolution de la TAD relatif en fonction de la température pour a) N_2 , b) C_3F_8 et c) $c-C_4F_8$ en configuration pointe-plan Alumine ($g=1mm$) dans le cas d'un chauffage global	106
Figure III.34	Evolution de la TAD en fonction de la température pour le N_2 en configuration pointe-plan Alumine ($g=1mm$) dans les deux cas considérés . .	107
Figure III.35	Evolution de la TAD en fonction de la température pour le C_3F_8 en configuration pointe-plan Alumine ($g=1mm$) dans les deux cas considérés . .	107
Figure III.36	Evolution de la TAD en fonction de la température pour le $c-C_4F_8$ en configuration pointe-plan Alumine ($g=1mm$) dans les deux cas considérés . .	108
Figure III.37	Evolution de la TAD en fonction de la température pour le N_2 en configuration pointe-plan Alumine ($g=1mm$) dans le cas d'un chauffage global ou local	108
Figure III.38	Evolution de la TAD en fonction de la température pour le C_3F_8 en configuration pointe-plan Alumine ($g=1mm$) dans le cas d'un chauffage global ou local	109
Figure III.39	Comparaisons des signatures PRPD dans N_2 en fonction de la température en chauffage local et global	110
Figure III.40	Comparaisons des signatures PRPD dans C_3F_8 en fonction de la température en chauffage local et global	111
Figure A.1	Photographie du Lamineur	128

Figure A.2	Photographie de l'insolateur sous vide	129
Figure A.3	Photographie du bain de perchlorate de fer a) vue d'ensemble b) vue du bain	129
Figure A.4	Photographie de la microtronçonneuse	130

Liste des tableaux

Table I.1	Propriétés des semi-conducteurs grand gap [Jain et al., 2008]	19
Table I.2	Techniques de wirebonding	21
Table I.3	Propriétés des substrats haute température	23
Table I.4	Rigidité diélectrique relative de quelques mélanges.	35
Table I.5	Quelques propriétés de gaz	37
Table II.1	Valeur des capacité et permittivité obtenues pour les 3 céramiques en fonction de la température à 0,1Hz	54
Table II.2	Valeur des pentes obtenues en fonction de la température	63
Table II.3	Résumé des valeurs de pentes et d'ordonnées à l'origine	65
Table III.1	Tableau de comparaison entre température de la Pt100 et du thermo- couple type K dans l'azote	83
Table III.2	Tableau de comparaison entre température indiquée par la Pt100 à celle obtenue à l'aide du thermocouple type K dans les 3 gaz pour la configuration N°2	84
Table III.3	Tableau de comparaison entre température de la Pt100 et du thermo- couple type K dans les 3 gaz pour la configuration N°3	84
Table III.4	Tableau de comparaison entre température de la Pt100 et du thermo- couple type K dans 2 gaz pour la configuration N°4	85
Table III.5	Propriétés thermiques des gaz	85

Introduction Générale

Introduction

Un des grands axes de recherche de nos jours, concerne le développement de modules de puissance capables de fonctionner à haute température. Les domaines d'applications nécessitant des températures ambiantes élevées, sont l'aéronautique civil et militaire (la température au niveau des réacteurs est respectivement de 400 et 250°C), l'automobile (les véhicules hybrides ou électriques), la distribution énergétique, les exploitations pétrolières ou géologiques (la température peut atteindre jusqu'à 300°C [Draper and Palmer, 1979]) et l'exploration spatiale comme Venus (la température ambiante est de 485°C [Chen et al., 2008]).

Dans d'autres applications, l'existence de structures capables de fonctionner à haute température (exemple à une température de jonction de 300°C) pourrait permettre de réduire la taille des équipements de dissipation de chaleur [Hornberger et al., 2005].

Pour ce faire, il est nécessaire de repenser entièrement le composant de puissance à commencer par la nature du semi-conducteur, aujourd'hui principalement du silicium, dont la température de jonction maximale (150-200°C) ne permet pas le passage à haute température.

Le passage à des semi-conducteurs grand gap comme le carbure de silicium pourrait permettre de monter à des températures supérieures à 400°C mais pour un fonctionnement optimal tous les constituants du packaging (brasure, substrat, métallisation, passivation, encapsulation, connectique...) doivent être capable de supporter cette température. En particulier, trouver un matériau d'encapsulation et de passivation qui supporte les 400°C devient un véritable enjeu.

Après avoir montré l'intérêt des isolants gazeux pour jouer le rôle de passivation dans les nouveaux composants de puissance et l'existence de quelques candidats potentiels, l'objectif de ce travail est de cerner les limites de l'utilisation de ces gaz lorsqu'ils sont soumis à un échauffement local en présence ou non d'un isolant céramique dont les charges en surface peuvent jouer un rôle non négligeable dans les performances du module.

Le manuscrit est composé de 3 chapitres :

Le chapitre 1 présentera le packaging classique d'un composant de puissance, les limites de ce packaging à haute température et les solutions proposées. Plus particulièrement, il sera question de la faisabilité d'utiliser un gaz comme isolant dans le packaging des composants de puissance et les interactions possibles avec les autres isolants tels que les céramiques.

Le chapitre 2 décrira les caractérisations des matériaux réalisées sur différentes céramiques. Plus particulièrement, nous nous focaliserons sur l'étude des mouvements des charges en surface de ces isolants.

Le chapitre 3 présentera l'étude concernant les gaz. Dans une première partie, nous décrirons le dispositif expérimental puis le protocole utilisé. Enfin le comportement des 3 gaz en température en présence ou non d'une des céramiques précédemment étudiées sera observé. Le chauffage sera soit localisé au niveau de la céramique soit global.

Une conclusion générale permettra de faire un point sur nos objectifs et les principaux résultats obtenus et enfin donner quelques perspectives pour les travaux futurs.

Chapitre I. Etat de l'art : Packaging des composants de puissance haute tension et haute température

Chapitre I

Etat de l'art : Packaging des composants de puissance haute tension et haute température

Ce premier chapitre se propose de présenter un état de l'art des modules de puissance haute tension et haute température. Dans une première partie, les différents matériaux constituant un module de puissance "classique" ainsi que leur limite en température seront présentés.

Différents concepts de packaging haute température seront ensuite brièvement décrits mettant ainsi en lumière la nécessité de nouveaux matériaux d'isolation. Enfin, ce chapitre s'attachera à montrer la possibilité d'utiliser un gaz comme matériau d'isolation de composants de puissance et de choisir les gaz adéquats pour cette application.

I.1 Packaging classique des composants de puissance

Les éléments formant le packaging d'un module de puissance jouent plusieurs rôles importants notamment celui d'assurer le maintien mécanique et l'isolation électrique. Ils permettent de réaliser l'interconnexion d'une part en interne entre les différents composants de puissance et d'autres part avec l'extérieur. Le packaging doit aussi assurer un transfert thermique vers le système de refroidissement et aussi servir de "protection" contre l'environnement extérieur (oxydation, corrosion ...).

Le module de puissance traditionnellement utilisé dans les applications haute tension est un assemblage de plusieurs matériaux. L'élément central est le composant semi-conducteur, généralement en silicium, brasé sur un substrat céramique métallisé. Les connexions électriques internes sont assurées par des fils de bonding. Du gel silicone permet d'isoler les diverses connexions à l'intérieur du module et, quelques fois, de la résine époxy vient compléter l'encapsulation. Enfin, l'ensemble est placé dans un boîtier généralement à base de plastique (LCP liquide cristal polymère, PPS polystyrènes...) et posé sur une semelle en cuivre offrant une fonc-

tion de dissipateur utile pour le refroidissement du module. Une vue schématique d'un module de puissance standard est présentée sur la figure I.1) :

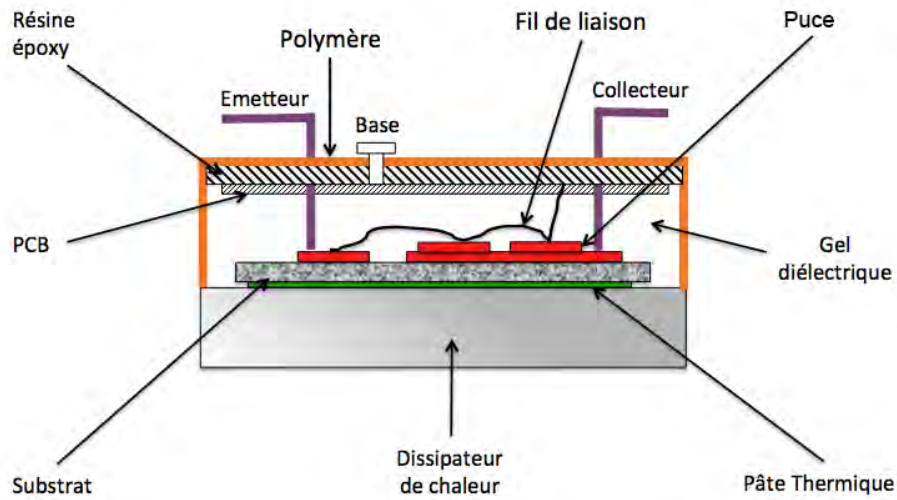


FIGURE I.1 – Structure d'un packaging standard utilisé en électronique basse température [Lebey et al., 2010]

Ce module fonctionne très bien aux températures conventionnelles mais le passage à "haute" température pose deux problèmes majeurs. Tout d'abord, certains des matériaux, comme certains polymères utilisés, ont un comportement incompatible avec des températures supérieures à 250°C (figure I.2). Ensuite, du fait de coefficients de dilatation thermique (CTE : Coefficient of Thermal Expansion) trop différents, ces matériaux subissent des contraintes thermomécaniques pouvant conduire à la rupture mécanique de l'assemblage.

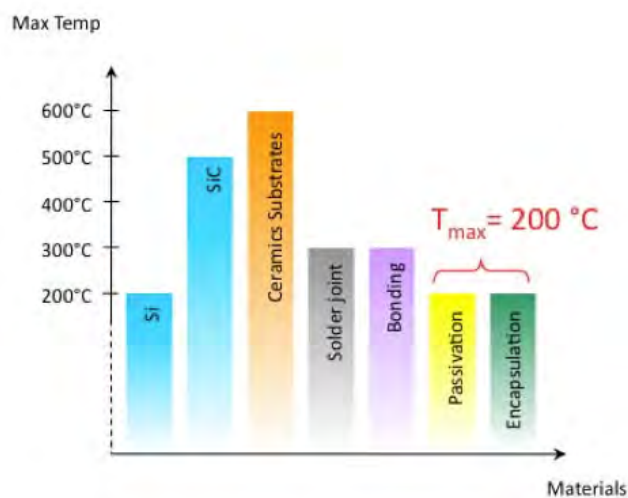


FIGURE I.2 – Limites en température des différents éléments du packaging [Dupond, 2006]

Ainsi, exception faite des matériaux céramiques qui semblent garder de bonnes propriétés

tant électriques que mécaniques pour des températures élevées, il est nécessaire de repenser toute l'architecture de ces modules y compris la nature même des composants semi-conducteurs.

I.2 Limites liées aux hautes températures : la limite du silicium et l'arrivée des semi-conducteurs grand gap

Traditionnellement les composants semi-conducteurs sont à base de silicium (Si), mais la perte du pouvoir bloquant d'une simple jonction p-n à haute température empêche leur utilisation aux températures les plus élevées.

I.2.1 La jonction p-n et les porteurs intrinsèques

Le comportement V-I d'une jonction p-n, dans le cas où le dopage de type p est beaucoup plus grand que le dopage de type n, en considérant qu'en polarisation inverse, la tension n'est que de quelques dixièmes de volt et que la température n'excède pas 1000°C, peut s'écrire :

$$I \cong -qAn_i \left(\frac{n_i}{N_D} \sqrt{\frac{D_P}{\tau}} + \frac{W}{2\tau} \right)$$

où A est la surface de la jonction p-n (cm^2), N_D la densité des dopants de type n (cm^{-3}), W la largeur de la zone de déplétion (cm) à la tension appliquée V_A , D_P la constante de diffusion des trous ($cm.s^{-1}$), et τ la durée de vie effective des porteurs minoritaires (s).

La concentration des porteurs intrinsèques (n_i en cm^{-3}) dépend, quant à elle, exponentiellement de la température du semi-conducteur [Neudeck et al., 2002].

$$n_i = \sqrt{N_c N_v} . e^{-\frac{E_g}{2kT}}$$

où T est la température (en K), k la constante de Boltzmann (8.62×10^{-5} eV/K), E_G la largeur de la bande interdite (en eV), et N_c et N_v sont respectivement la densité d'électrons et de trous présents initialement dans le semi-conducteur (en cm^{-3}).

A température ambiante, la densité de porteurs intrinsèques du silicium est de l'ordre de $10^{10} cm^{-3}$ ce qui est négligeable par rapport au dopage (de 10^{14} à $10^{17} cm^{-3}$).

Sous l'effet de l'élévation de température, la concentration des porteurs intrinsèques va augmenter si bien qu'elle va pouvoir influencer de manière non négligeable la conductivité électrique au delà de 300°C.

Les semi-conducteurs grand-gap (largeur de bande interdite autour de 3 eV) ayant moins de porteurs intrinsèques que le silicium, peuvent travailler à des températures plus élevées sans que ces porteurs intrinsèques n'influencent leur conductivité. Typiquement pour du carbure de silicium (SiC), la température maximale d'utilisation est estimée à 600°C.

I.2.2 Pertes thermoioniques

Un autre mécanisme fondamental est le transport des porteurs dont le gain d'énergie peut être suffisant pour aller au-dessus ou à travers (effet tunnel) la barrière de potentiel. Ce processus, appelé émission, augmente avec la température. Dans une structure Métal-Semiconducteur (MS), le courant inverse, dû à l'émission des porteurs en fonction de la température et de la tension appliquée, est approché par :

$$I \cong -AK^*T^2 e^{\frac{-q\Phi_B}{kT}}$$

où Φ_B est la hauteur de la barrière de potentiel et K^* est la constante de Richardson

Pour le silicium, la hauteur de la barrière de silicium n'est que de 0,9 eV alors qu'elle est supérieure à 3 eV pour les semi-conducteurs grand gap.

Il est donc facile d'en conclure que les semi-conducteurs grand gap auront un courant de fuite de plusieurs ordres de grandeur plus faible que ceux à base de silicium.

I.2.3 Choix du semi-conducteur grand gap

Toutes ces raisons expliquent que le silicium ne puisse pas être utilisé pour des applications dépassant 250°C et la nécessité d'utiliser des semi-conducteurs grand gap pour pouvoir envisager des températures plus élevées.

Les semi-conducteurs grand gap les plus étudiés sont le carbure de silicium (SiC), le nitrure de gallium (GaN) et le diamant dont quelques propriétés électriques et chimiques sont résumées dans le tableau I.1.

En comparant la température théorique d'emballement thermique (voir figure I.3) du silicium avec les semi-conducteurs grand gap précédemment cités, on s'aperçoit que pour une même tension le SiC et le GaN résistent à des températures supérieures d'au moins 100°C comparé au silicium. Ceci est encore plus accentué avec le diamant.

D'un point de vue théorique, le diamant semble être la meilleure solution mais les difficultés à le produire sous forme de plaquette de dimension et de qualité cristalline suffisante le rendent pour le moment incompatible avec une production industrielle. Les recherches les plus abouties concernent le SiC. Des composants sont déjà commercialisés comme des diodes Schottky ou

Propriétés	Si	6H-SiC	GaN	Diamant
Band gap (eV)	1.1	3.03	3.45	5.45
Permittivité relative	11.9	9.66	9	5.5
Champ disruptif (kV/cm)	300	2500	2000	10000
Mobilité électronique ($cm^2/V.s$)	1500	500	1250	2200
Mobilité des trous ($cm^2/V.s$)	600	101	850	850
CTE (ppm/°C)	2.6	3.8	5.6	1

TABLE I.1 – Propriétés des semi-conducteurs grand gap [Jain et al., 2008]

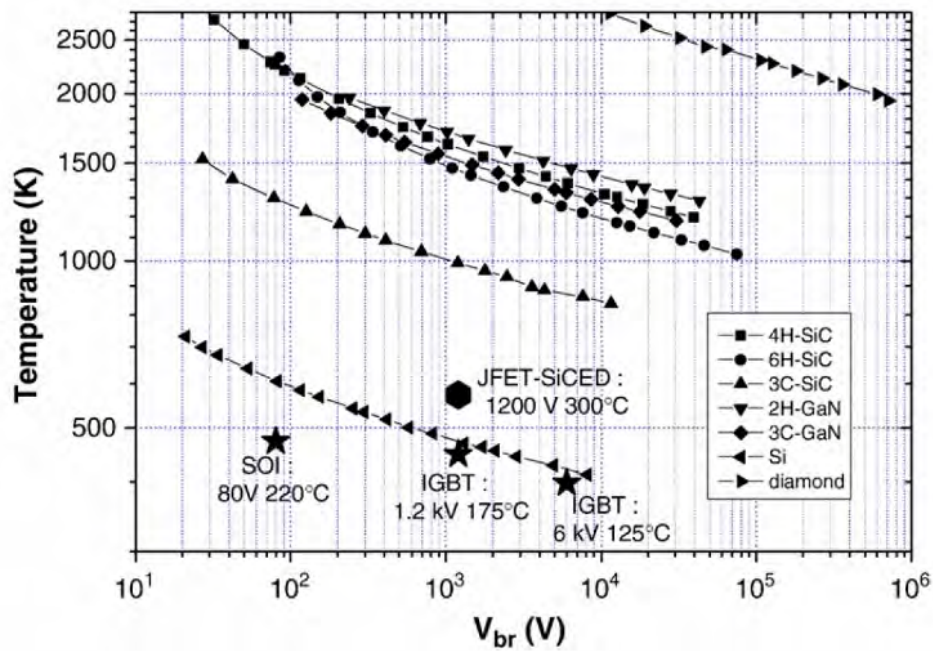


FIGURE I.3 – Température d'emballement thermique théorique en fonction de la tenue en tension pour les trois types de semi-conducteurs grand gap et le silicium. [Raynaud et al., 2010]

mixte Schottky/bipolaires ou des transistors JFET, MOSFET et bipolaire avec des tenues en tension de 1200 voire 1700V. Des composants en GaN sont aussi commercialisés avec des calibres en tension allant jusqu'à 200V. Des composants à base de SiC ont pu être testés à des niveaux de tension de 10 voire 15kV pour un MOSFET SiC [Pala et al., 2014] et même 20kV pour une diode PIN SiC [Kimoto, 2013].

D'un point de vue thermique, les composants SiC ont pu fonctionner à des températures supérieures aux limites actuelles du silicium [Neudeck et al., 2002], puis supérieures à 400°C [Spry et al., 2004], voire supérieures à 450°C [Funaki et al., 2007] mais encore uniquement en laboratoire. Du point de vue industriel, la température de fonctionnement des composants à base de SiC ne dépasse pas les 175°C (150°C pour ceux à base de GaN) à cause des différents matériaux constituant le module. Il est donc important de revoir l'ensemble du packaging afin d'améliorer la tenue en température du module.

I.3 Les limites du packaging classique et les nouvelles solutions haute température

Afin d'avoir le meilleur packaging possible susceptible de fonctionner en haute température, il faut absolument éviter, autant que faire se peut, les contraintes mécaniques sur les matériaux, tout en conservant leurs propriétés. Le plus naturel est donc d'associer des matériaux de CTE (coefficient de dilatation thermique) très proches de ceux du SiC afin de limiter ces contraintes.

Les problèmes à résoudre sont donc nombreux et concernent entre autres la stabilité chimique, physique et électrique des matériaux et des interfaces.

I.3.1 Les fils de bondings

Dans un module classique, les connexions à l'intérieur du boîtier sont assurées par des fils de bonding (wire bonding). Le wirebonding est une technique d'interconnexion électrique utilisant un fil de diamètre compris entre 100 et 500 μm (suivant le courant à supporter) et une combinaison de chaleur, pression et/ou énergie ultrasonique. Il s'agit d'un procédé de diffusion en phase solide. En mettant deux matériaux métalliques (généralement Au et Al) en contact, le partage électronique ou l'interdiffusion des atomes a lieu, conduisant à la formation de la liaison. Dans le procédé de wirebonding, la force de liaison nécessaire conduit à une déformation de la matière, à la rupture de la couche de contamination et aux lissages des aspérités de surface, qui peuvent être augmentés par l'application d'énergie ultrasonore. La chaleur peut aussi accélérer l'interdiffusion des atomes, et donc la formation d'une liaison. Il existe trois grands types de liaison par fil : la thermocompression, le soudage par ultrason et le collage thermosonique, comme indiqué dans le tableau I.2.

Différents matériaux sont utilisés pour les fils de bonding selon les conditions souhaitées. Le plus utilisé est l'aluminium avec de faibles proportions de magnésium (1%) ou de silicium

Wirebonding	Pression	Température	Energie ultrasonique	Fil	Métallisation des plots de connexion
Thermocompression	Haute	300-500°C	Non	Au	Al-Au
Ultrason	Basse	25°C	Oui	Au-Al	Al-Au
Thermosonique	Basse	100-240°C	Oui	Au	Al-Au

TABLE I.2 – Techniques de wirebonding

(1%) pour assurer un durcissement, ce qui permet une meilleure tenue en température et une meilleure résistance à la fatigue.

Cette technique est très avancée et maîtrisée techniquement mais ne peut malheureusement pas être utilisée en haute température pour deux raisons principales.

La première est la croissance de la couche intermétallique à haute température due à l'interdiffusion des matériaux à travers les lacunes cristallines qui va engendrer une augmentation locale de température au niveau du contact du fait de l'augmentation de la résistance électrique [Arshad et al., 2008]. Ceci peut conduire à une défaillance de la liaison et par la suite du module de puissance. Pour éviter ces problèmes, un fil et une métallisation de même nature (la plus utilisée étant Au/Au) permet de tenir à des températures plus élevées [Mustain et al., 2005]. Une autre solution consiste à utiliser un fil d'Al sur une barrière de diffusion en Ni. Cependant, il semble, dans ce dernier cas, qu'une couche intermétallique commence à apparaître pour des températures supérieures à 350°C [Mustain et al., 2005].

La deuxième est liée à la différence de CTE entre les fils de bonding et la puce qui conduit à une contrainte thermomécanique à l'endroit où la contrainte est maximale c'est à dire à l'interface fil-métallisation et au niveau de la courbure du fil. Sur la figure I.4, deux exemples de défaillance les plus rencontrées au niveau des fils de bonding sont présentés [Amro et al., 2005].

Pour augmenter le nombre de cycles admissibles par la connexion avant défaillance, plusieurs solutions peuvent être suggérées comme l'ajout d'une résine polymère après soudure ultrasonique ou l'ajout d'une couche de Molybdène ayant un CTE intermédiaire (4,8 ppm/°C) entre le fil et la puce. Il a été observé que dans le cas où le fil de bonding et la métallisation étaient de nature différente, les connexions ne supportaient pas une température supérieure à 300°C sauf dans le cas de connexions en Au-Pt qui peuvent supporter plus de 2000 heures à 300°C [Williams and Johnson, 2006]. Une solution avec fils en Au et métallisation en Cu/Ni/Au a été testée en cycle passif sur un substrat AlN de -55°C à 500°C sans signe de défaillance [Mustain et al., 2005].

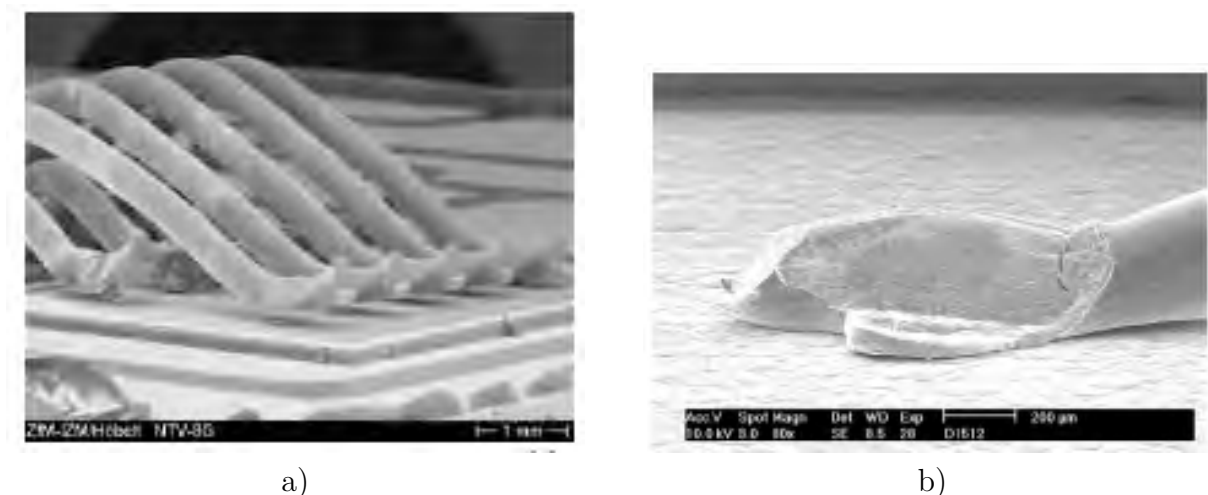


FIGURE I.4 – a) Décollement des fils de bonding en Al après 30000 cycles entre 40 et 170°C [Amro et al., 2005] et b) cassure au niveau du pied du fil en Al après 10 cycles entre -55°C et 400°C [Mustain et al., 2005]

I.3.2 Le substrat

Propriétés	Al ₂ O ₃	Si ₃ N ₄	AlN
Conductivité thermique (W/m.°C)	20	30 - 90	170 - 230
CTE (ppm/°C)	6,7 - 7,1	2,7	4,5
Module d'Young (GPa)	380	310	330
Résistance à la rupture (MPa.m ^{1/2})	3,3 - 3,7	5 - 6,5	2,7
Résistance à la flexion (MPa)	274	850	400
Coefficient de Poisson	0,25	0,25-0,26	0,23

TABLE I.3 – Propriétés des substrats haute température

permis par la suite de développer un processus automatisé pour sa fabrication. La technique de DBC a été initialement développée pour l'alumine. Le principe du DBC repose sur le fait que la présence d'oxygène conduit à la décroissance de la température de fusion du Cu pur (1085°C). L'eutectique du Cu/O est à 1065°C à 1,4% d'oxygène. La feuille de Cu est mise à proximité de Al₂O₃ et est chauffée de 1065 à 1085°C comme illustré figure I.5.

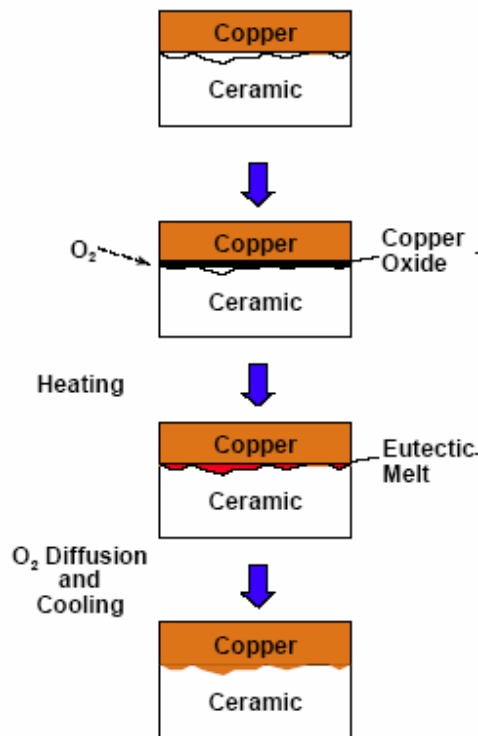
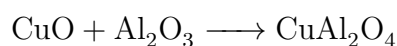


FIGURE I.5 – Procédés DBC Al₂O₃. [Schulz-Harder, 2000]

Durant ce process, les feuilles de Cu forment une couche d'oxydation et la fusion eutectique a lieu à l'interface CuO-Al₂O₃ pendant que le cuivre lui-même reste solide. Après un refroidissement à la température ambiante, une jonction CuO-Al₂O₃ est achevée grâce à la réaction suivante :



Les excellentes propriétés électriques et de dissipation de chaleur des DBC permettent d'avoir une très grande densité de courant (un conducteur cuivré de 0,3 mm, réalisé par DBC alumine de 0,63 mm soumis à 100A ne montre qu'une élévation de température de 17°C avec un refroidissement traditionnel).

Le procédé DBC a aussi été étudié pour l'AlN. Un traitement oxydant sur l'AlN est toutefois nécessaire pour avoir une bonne adhésion (voir figure I.6).

La faible tension de surface du Si_3N_4 le rend très difficile à lier avec des métaux par la technique classique des DBC. La méthode dite "active métal brazing" (AMB) permet de braser une feuille de cuivre sur du Si_3N_4 avec un alliage eutectique Cu-Ag et l'addition de 8% en masse de Ti. La forte réactivité chimique du Ti avec le Si_3N_4 améliore ses propriétés de mouillabilité et d'attachement.

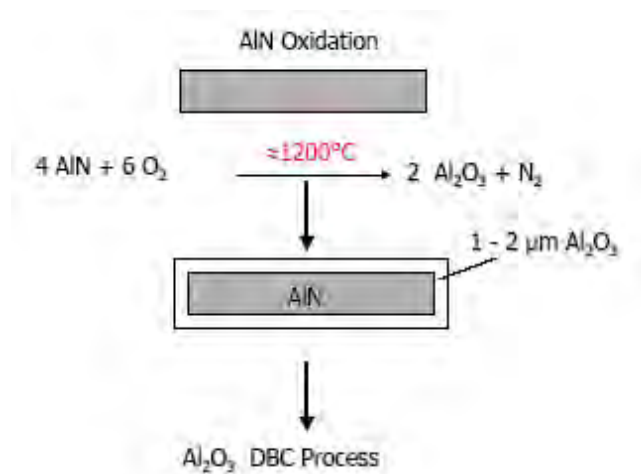


FIGURE I.6 – Procédés DBC AlN. [Schulz-Harder, 2000]

I.3.3 L'attache de la puce

L'attache de la puce assure le maintien mécanique entre la puce et le substrat et assure aussi la circulation de courant et du flux thermique.

Généralement cette attache se fait par brasure soumise à haute température et sous atmosphère contrôlée afin de limiter la présence de bulles d'air et d'intermétalliques qui pourraient la fragiliser. Les brasures traditionnelles à base de Pb ou Au sont fiables et supportent des fonctionnements à 200°C. La directive européenne imposant une réduction des substances dangereuses comme le Pb, de nouvelles brasures sans plomb sont apparues. A base d'étain (Sn) le plus souvent, elles peuvent être utilisées jusqu'à des températures de 200°C. De nouvelles brasures à base de bismuth (Bi) semblent avoir de meilleures performances et ont pu atteindre des températures de 250°C [Schulz-Harder, 2000]. D'autres solutions d'attaches existent comme par exemple "l'adhésive bonding" par laquelle un matériau organique adhésif (généralement époxy) est déposé entre les deux surfaces à joindre et recuit pour produire l'attache. Comme

ces matériaux ont généralement une faible conductivité thermique et électrique, il est nécessaire d'introduire des particules métalliques d'or (Au) ou d'argent (Ag) pour améliorer leurs propriétés. A cause de leur manque de stabilité aux températures supérieures à la température de transition vitreuse, ces matériaux ne peuvent pas être utilisés à haute température ($>200^{\circ}\text{C}$) [Hvims, 1995]. Les nouvelles solutions comme la TLP (Transition Liquid Phase) et la LTJT (Low Temperature Joining Technique) permettent le passage à de plus hautes températures. La TLP est basée sur la diffusion d'une couche métallique mince dans les matériaux. Cette couche à faible point de fusion va, suite à une élévation de température, réagir avec le matériau et former une couche intermétallique. Cette couche intermétallique en refroidissant aura une température de fusion plus élevée que celle d'origine. Une nouvelle élévation de température va permettre à cette couche intermétallique de diffuser de manière homogène dans les matériaux à assembler [Welch et al., 2005]. La LTJT est une méthode qui permet de lier de l'argent à température plus basse que son point de fusion (960°C). La méthode consiste à utiliser de l'argent en poudre permettant un frittage à une température de 700°C environ. Il est même possible d'abaisser encore la température de frittage notamment en augmentant la pression exercée ou en utilisant des poudres d'argent de dimension nanométrique.

I.3.4 Semelle et Dissipateur thermique

La semelle sert à maintenir mécaniquement l'assemblage avec le dissipateur thermique. Elle doit avoir une bonne conductivité thermique, une bonne rigidité mécanique, un CTE proche de celui du substrat métallisé (DBC) et un poids le plus faible possible. Traditionnellement, le dissipateur thermique est réalisé en cuivre ou aluminium. Le cuivre est le matériau par excellence du fait de sa grande conductivité thermique et d'un CTE en adéquation avec le substrat métallisé mais l'aluminium reste tout de même une bonne alternative en terme de coût et de poids. Pour diminuer la différence de CTE entre substrat et dissipateur, une graisse thermique est appliquée réduisant notablement l'efficacité thermique du cuivre et de l'aluminium.

Des matériaux hétérogènes, formés d'une matrice rigide renforcée par des éléments permettant d'améliorer les propriétés, sont proposés. Un des matériaux issu de cette approche est l'AlSiC. Il présente un bon compromis entre conductivité thermique, CTE et coût. Son CTE peut être modifié en changeant la concentration de SiC dans la matrice d'aluminium (de 6,5 à 9 ppm/ $^{\circ}\text{C}$ avec une concentration en SiC de 30 à 60%). Il a une densité volumique faible de l'ordre de 3 g/cm³ [Occhionero et al., 1999]. D'autres matériaux voient le jour comme des métaux chargés de nanoparticules de diamant ou de fibres de carbone [Coppola et al., 2007].

I.3.5 La couche de passivation et d'encapsulation

La passivation est une couche isolante recouvrant la partie supérieure de la puce et permettant de réduire les risques de rupture diélectrique et de limiter les courants de fuite en surface du composant. Elle est en général constituée d'un film de quelques μm à quelques dizaines de μm d'épaisseur.

L'encapsulation a, quant à elle, deux fonctions principales : protéger le composant (ou le module) de l'humidité et des contaminants, et empêcher les décharges électriques à la surface des puces, entre les fils de bonding, et entre les pistes métalliques proches. Comme nous l'avons déjà signalé précédemment, le matériau le plus utilisé dans le module de puissance standard est le gel silicone. Il a un champ de rupture de 180kV/cm environ, un CTE de plus de 200ppm/°C, une conductivité thermique très faible autour de 0,15 W/m.K, une résistivité électrique entre 10^{14} et $10^{15}\Omega.cm$ à 25°C et une température maximale en fonctionnement permanent de 250°C. Mise à part la dégradation thermique qui peut causer la défaillance de ces gels, c'est l'apparition de décharges partielles (pour des niveaux de tension élevée) qui réduit leur durée de vie de manière drastique.

I.4 Les packaging haute température dans la littérature

Dans ce paragraphe, nous décrivons divers prototypes de modules de puissance ayant la capacité de pouvoir fonctionner à haute température et fondés sur des architectures dites "3D", afin de répondre au souci d'intégration de puissance des composants. Ces structures sont classées en trois grandes catégories en fonction de la nature des contacts métalliques.

I.4.1 Technique de contact pressé

Le contact pressé permet d'assurer le contact métallique par une pression externe sur le module. Ce concept permet des contacts de grandes sections et permet de s'affranchir de quelques brasures. La méthode par contact pressé, développée initialement par Toshiba, est utilisée pour le packaging de composants de forte puissance. Ce type de composant a été testé jusqu'à 150°C mais aucun essai à haute température n'a été réalisé [Matsuda et al., 1997]. Un autre module utilisant la même technologie a été développé pour des températures supérieures à 300°C dans l'air avec des diodes SiC [Sugawara et al., 2002]. Ce module a été testé pour des températures de 500°C sans la moindre défaillance mais aucun résultat concernant le cyclage n'a été publié.

Ces modules ont l'avantage d'éliminer les défaillances liées aux brasures, de permettre un refroidissement double face, d'être facilement réparables mais sont en revanche relativement coûteux et de masse élevée.

I.4.2 Technique de contact brasé

Dans ces structures, les puces sont brasées entre deux substrats DBC ce qui permet donc d'assurer aussi les connexions supérieures de la puce. Voici quelques exemples de modules développés avec cette technique et pouvant bénéficier d'un refroidissement double face.

Le double "metal lead-frame"

Ce module, permettant de fonctionner à une température de 300°C, a été développé par Grummel et al. [2008]. Il repose sur l'utilisation de grilles de connexion en Molybdène (qui possède un CTE faible de l'ordre de 5ppm/°C) compatible avec le SiC. Ces grilles de connexion sont ensuite encapsulées dans une résine haute température comme la Durapot 863 ou une céramique hydroset (Cermacast 673N). Les grilles de connexion peuvent être remplacées par deux substrats DBC afin d'assurer une bonne isolation électrique. La figure I.7 montre le module proposé par Grummel.

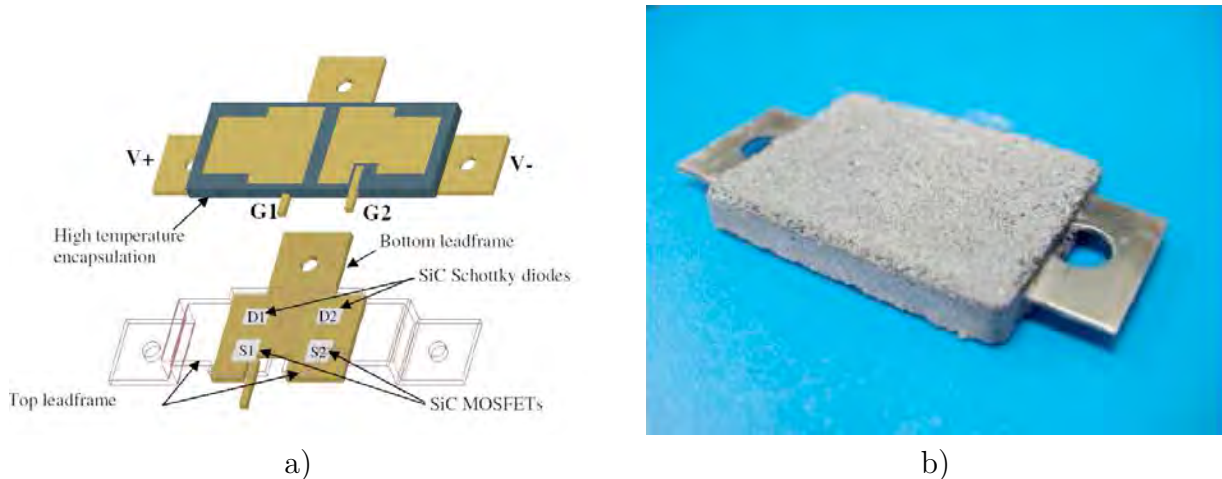


FIGURE I.7 – Double metal lead-frame [Grummel et al., 2008] a) Vue schématique du concept et b) Prototype réalisé.

Ce module a été testé à 300°C et comme il est constitué de matériaux de CTE très proches, les problèmes de contrainte thermomécanique sont minimisés, ce qui augmente sa fiabilité. De plus, il peut supporter des courants élevés et être refroidi par les deux faces tout en ayant un volume réduit. Sa limitation principale concerne le calibre en tension.

Direct Solder Interconnexion (DSI)

Cette technologie consiste à relier les deux faces de la puce à des DBC par l'intermédiaire d'une brasure en Ag-Sn. La surface de contact est suffisamment importante pour avoir des courants élevés tout en dissipant suffisamment la chaleur liée aux pertes. Mais, du fait des différences de CTE entre la puce et le substrat, la brasure va subir une contrainte thermomécanique très élevée qui peut causer une fissure à l'interface brasure-puce. Ainsi dans l'exemple

reporté [Bai et al., 2004], une fissure est apparue après 875 cycles effectués entre -55 et 125°C.

Modules Denso et Fhg-IZM

Les deux modules sont représentés sur les figures I.8 et I.9. Le refroidissement se fait dans les deux cas par injection de liquide sur les deux faces de la structure.

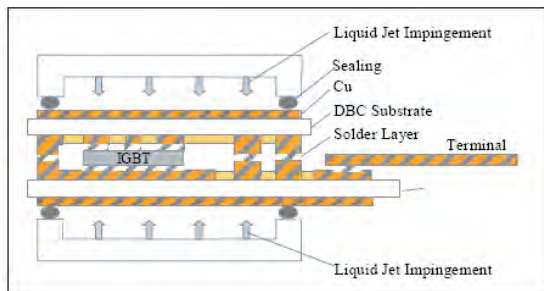


FIGURE I.8 – Module Denso refroidi double face [Buttay et al., 2007].

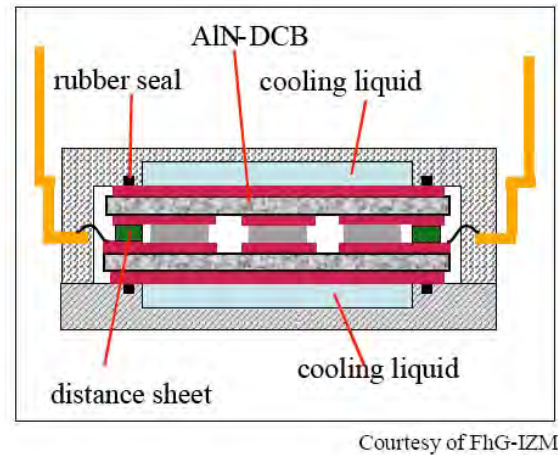


FIGURE I.9 – Structure Fhg-IZM [Schulz-Harder, 2008].

Le module Denso (600V-10kW) a été testé en cyclage passif et ne montre aucun signe de défaillance au bout de 800 cycles entre -60°C et 150°C.

Ce module bien que n'étant pas étudié pour fonctionner à haute température peut sous réserves de quelques légères modifications fonctionner à haute tension et haute température.

En effet, le refroidissement double face permet de réduire la résistance thermique de 35% sur le module Denso et de 40% sur le module Fhg-IZM comparé à un refroidissement classique simple face. De plus les matériaux le constituant peuvent aisément tenir au delà des 200°C. Pour fonctionner à haute tension, l'air présent dans les modules (représenté en blanc sur les figures) devra être remplacé par un diélectrique.

I.4.3 Technique de contact par dépôt métallique

Power OverLay (POL) technology

Ce système a été mis au point par "General Electric Company Global Research Center" pour les composants semi-conducteurs de puissance. Ses étapes de fabrication sont résumées sur la figure I.10.

Grâce à sa structure plane, ce module peut être refroidi sur ces deux faces et un autre substrat peut être attaché à sa partie supérieure. Sur la figure I.11, les parties en vert clair sont du gel diélectrique permettant l'isolation électrique entre les différentes puces, et servant aussi à augmenter l'isolation entre les métallisations supérieures et inférieures.

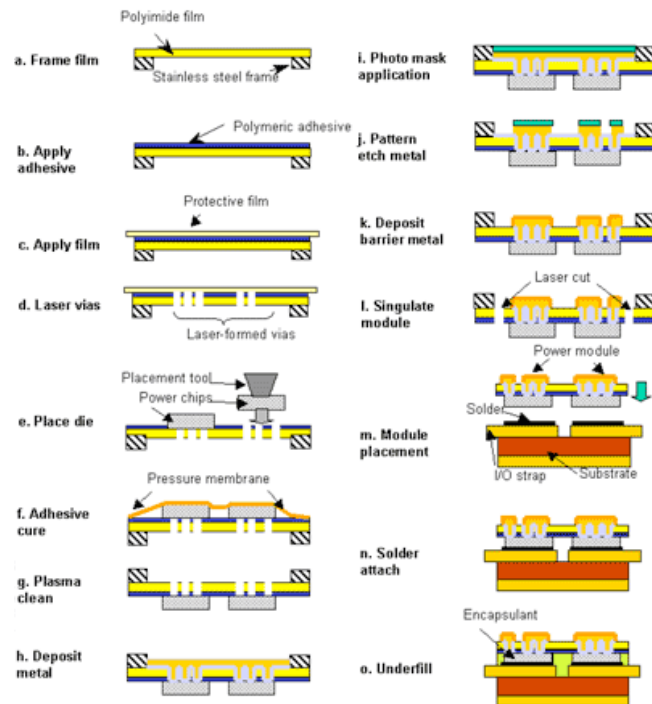


FIGURE I.10 – Etapes technologiques pour la fabrication des structures POL. [Fillion et al., 1994]

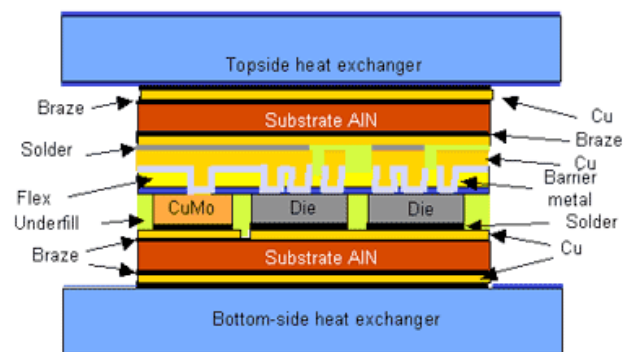


FIGURE I.11 – Module POL refroidi double face. [Fillion et al., 1994]

Des modules 600V - 1200A ont été testés pour des températures de 125°C avec des puces en Si mais des tests thermomécaniques n'ont pas été réalisés. A notre connaissance, aucune de ces structures n'a été testée en haute température.

Embedded Power (EP) technology

Dans ce module, des céramiques sont utilisées pour l'alignement et les interconnexions se font par dépôt métallique. Les étapes de conception de ce type de module sont représentées sur la figure I.12.

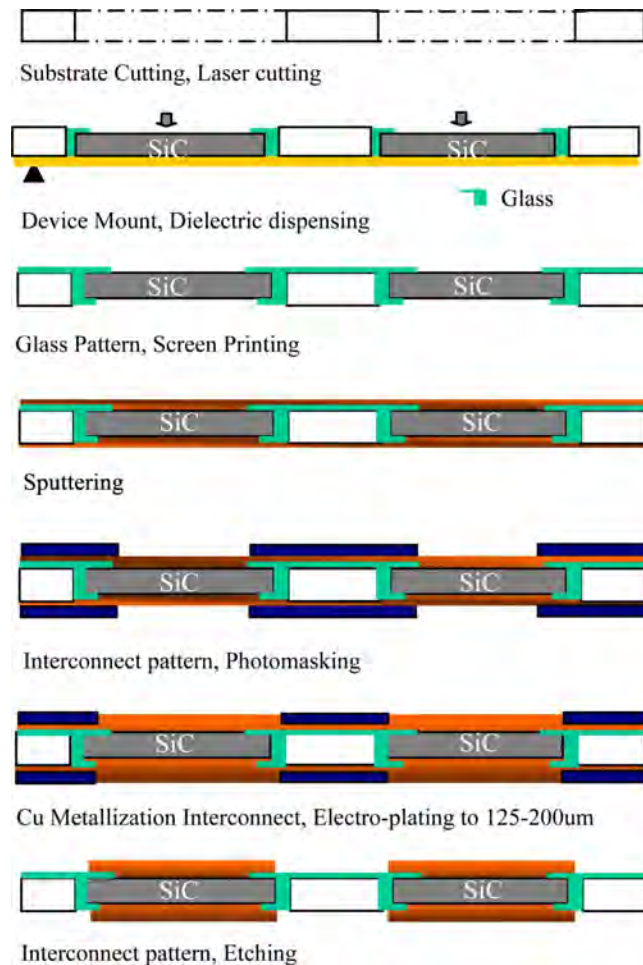


FIGURE I.12 – Etapes technologiques de fabrication du "Embedded Chip Module" [Yin et al., 2007]

La structure est ensuite brasée sur un substrat DBC. Sur la face supérieure d'autres composants électroniques comme le circuit de commande et/ou des capacités (inductances) intégrées peuvent être brasés. Une autre structure DBC peut aussi être brasée afin d'assurer une dissipation thermique double face. La figure I.13 représente un module EP avec refroidissement double face.

Cette structure a été testée pour des températures atteignant 280 °C avec des puces en SiC mais comme pour la structure "POL" la fiabilité thermomécanique n'a pas été démontrée. La

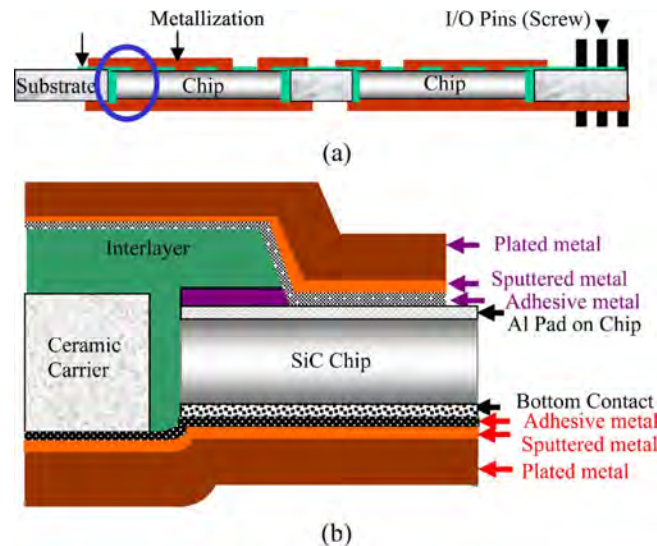


FIGURE I.13 – Module Embedded Power avec un refroidissement double-face [Yin et al., 2007].

céramique jouant le rôle d'isolation, il n'est plus nécessaire d'utiliser un gel silicone comme dans la structure "POL". Il reste néanmoins important d'encapsuler certaines régions afin d'éviter une oxydation du module. La question est donc de savoir quel matériau peut être utilisé par cette opération.

"Planar Package"

Un module "planar" (400 V - 1,4 kW) peut être utilisé dans une gamme de température allant de -50°C à 250°C (voir figure I.14).

L'attache de la puce est réalisée via la LTJT à base de nano-poudre d'argent. De la résine époxy (Epo-tek 600) est utilisée comme encapsulant. Ce module peut fonctionner pour des températures de jonction allant jusqu'à 250°C [Ning et al., 2010]. Le process de fabrication est schématisé sur la figure I.14.

L'Epo-tec 600 et le Nusil R-2188 ont été testés par Katsis et al [Katsis and Zheng, 2008]. Le premier présente des problèmes d'adhésion et de retrait après un recuit à 250 °C, et le second n'a montré aucune dégradation pour 400 heures de stockage thermique sous air à 220 °C.

I.4.4 Bilan des modules haute température

Les structures étudiées possèdent les atouts nécessaires pour le passage à des hautes températures de fonctionnement que ce soit par une réduction des contraintes du fait de l'utilisation de nouvelles technologies ou l'adaptation des structures pour un refroidissement double face. Des matériaux diélectriques susceptibles de fonctionner à haute température doivent cependant être trouvés pour combler les gaps et isoler électriquement les conducteurs en induisant un minimum de contraintes thermomécaniques. Ce point reste un des verrous technologiques à lever pour l'utilisation de ces packaging à haute température.

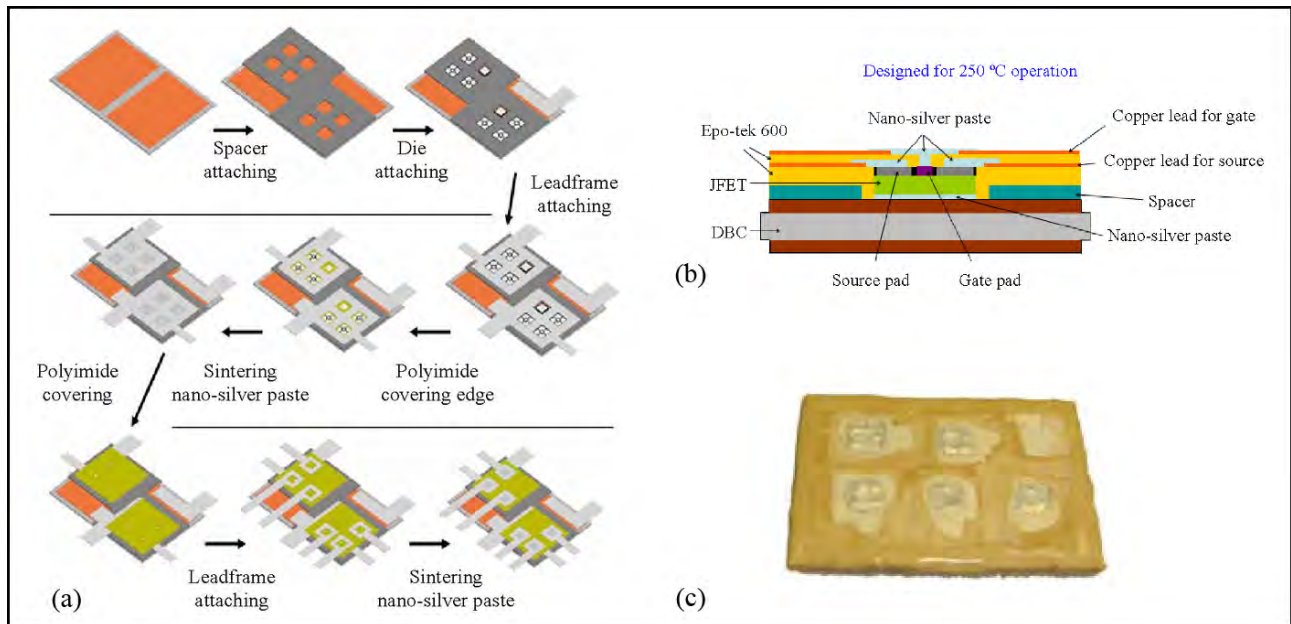


FIGURE I.14 – Procédé de fabrication du module (a), vue en coupe avec attache JFET à base de nanopoudre d'argent (b) et module encapsulé par le gel (c) [Ning et al., 2010].

I.5 Le gaz comme matériau d'isolation ?

I.5.1 Solutions d'encapsulations

Trois différentes catégories d'encapsulants peuvent exister correspondant aux différents états de la matière : les isolants liquides, solides et gazeux.

La première catégorie (les isolants liquides) n'est pas envisageable bien que leurs propriétés diélectriques soient souvent excellentes. C'est notamment le cas des perfluorocarbones (comme par exemple le FC 72). Ils ne peuvent pas être utilisés à haute température car tout simplement leur température d'ébullition est souvent trop faible (environ 60°C pour le FC72). Il est tout de même à noter que certains fluorocarbonés peuvent rester liquides jusqu'à presque 200°C.

De plus, avoir une bonne "conformité" avec des liquides sans avoir de bulles d'air présents dans le package s'avère très complexe.

Les isolants solides sont les plus étudiés pour le moment en particulier dans notre groupe de recherche qui s'intéresse aux matériaux polymères. Deux candidats se sont montrés très intéressants tant au niveau diélectrique que thermique. Il s'agit du polyimide BPDA/PPD et du parylène fluoré HT.

Ces deux matériaux peuvent être utilisés jusqu'à des températures de 300°C sans diminution significative des propriétés mais subissent de lourdes détériorations dès 360°C [Khazaka et al., 2011]. Reste alors à envisager le gaz comme moyen d'isolation.

I.5.2 Avantages et inconvénients du gaz

L'un des principaux avantages de l'utilisation d'un gaz comme moyen d'isolation pour les applications haute tension haute température, est que la plupart des gaz ne se décomposent qu'à des températures très hautes avoisinant les 1000°C.

De plus, en se basant sur la loi des gaz parfaits, une élévation de température dans un volume hermétique entraîne une élévation de pression égale à $p_2 = p_1 \frac{T_2}{T_1}$. La courbe de Paschen [Paschen, 1889] montre l'évolution de la tension de claquage du gaz en fonction du produit pression-distance (voir figure I.15) en champ uniforme.

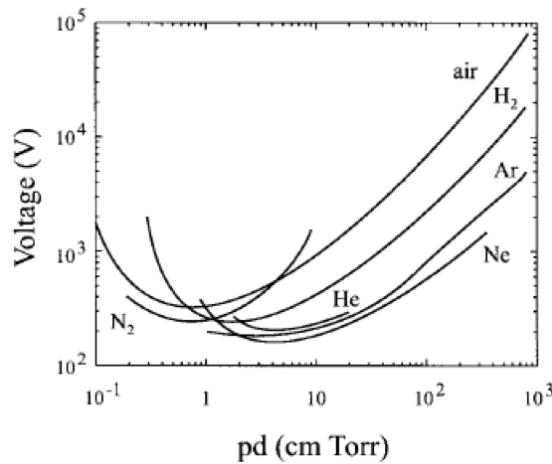


FIGURE I.15 – Courbes de Paschen dans différents gaz [Papoular, 1963].

On distingue deux parties de part et d'autre d'un minimum qui dépend de la nature du gaz.

Bien évidemment dans toutes nos applications, nous nous situons sur la partie droite de Paschen. En effet, le minimum de Paschen est dans le cas de l'azote d'environ 1 *torr.cm* soit environ 10^{-2} *bar.mm*. Cela signifie que si l'on souhaite injecter le gaz à la pression atmosphérique, le minimum de Paschen se situera à environ 10 μm . Au vue des dimensions en jeu, nous nous situerons toujours sur la partie droite de Paschen.

Sur cette partie de la courbe, quand le produit pression-distance augmente, la tension de claquage augmente. On pourrait penser, intuitivement, que plus la pression augmente, plus la probabilité qu'un électron rencontre une molécule est importante : la tension de claquage ne devrait donc pas augmenter. En réalité, l'électron accéléré par le champ ne va pas gagner suffisamment d'énergie avant de rencontrer une autre molécule et la multiplication électronique ne va pas se produire. Pour produire la décharge, il est nécessaire que l'électron gagne suffisamment d'énergie entre les deux collisions et donc il faut intensifier le champ. C'est pour cette raison que la tension de claquage augmente avec le produit pression-distance.

On en déduit qu'une augmentation de pression implique une augmentation de la tension d'apparition des décharges ce qui fait des gaz des candidats tout à fait sérieux pour isoler les composants de puissance, à condition que le packaging soit hermétique.

Un des autres avantages de l'utilisation de gaz est leur "conformité". Le gaz va en effet occuper tout l'espace disponible et ce quelle que soit la température (tant que celle ci reste supérieure à la température d'ébullition).

Et enfin le dernier avantage est la recombinaison des produits de décompositions. Contrairement aux isolants solides qui subissent d'importantes détériorations de leurs propriétés à chaque décharge, le gaz a cette capacité à se "réparer" (recombinaison des produits de décomposition afin de retrouver la molécule d'origine) lorsqu'il a subi une décharge ce qui en fait un atout considérable pour l'isolation des modules de puissance. Bien entendu cette recombinaison n'est pas totale et le gaz finit lui aussi par subir l'effet néfaste des décharges.

Le principal inconvénient de l'utilisation d'un gaz est la nécessaire herméticité du boîtier. Le choix du gaz va également être primordial : il doit présenter d'excellentes propriétés diélectriques à la pression atmosphérique afin d'éviter de devoir trop augmenter la pression ce qui nécessiterait de réaliser une herméticité sous haute pression ce qui n'est pas possible sans augmenter le volume du packaging (parois plus épaisses). L'autre inconvénient est la faible conductivité thermique du gaz qui va empêcher totalement l'utilisation d'un refroidissement double face. Ceci n'est toutefois pas un gros problème car le package pourra résister à des hautes températures et la partie supérieure du package non soumise à de fortes températures pourra être utilisée pour y placer la commande.

I.5.3 Choix du gaz pour l'isolation des modules de puissance : compromis entre propriétés électriques et contraintes écologiques

L'hexafluorure de soufre (SF_6) est l'un des gaz les plus utilisés dans l'industrie électrique (80% environ). En effet sa forte électronégativité, ses propriétés isolantes (bonne tenue diélectrique), sa capacité à souffler un arc électrique et son excellente stabilité chimique et thermique en font un gaz de premier plan pour les applications industrielles (disjoncteur, commutateurs, transformateurs haute tension, ...).

Le SF_6 est cependant un gaz à effet de serre dont le potentiel de réchauffement global (GWP) est 23000 fois plus fort que le CO_2 ce qui en fait le plus puissant gaz à effet de serre sur terre. Bien que sa contribution à l'effet de serre global ne dépasse pas les 0,3% en raison de sa faible utilisation en comparaison au CO_2 , sa durée de vie dans l'atmosphère de plus de 3000 ans a conduit lors du protocole de Kyoto (ainsi que la directive 2003/87/CE) à limiter fortement son utilisation et à empêcher tout rejet de ce gaz dans l'atmosphère.

Il est donc primordial de trouver d'autres gaz ayant un taux de nocivité pour l'environnement bien plus faible ou à minima d'en réduire son utilisation.

Malik et Qureshi, dans leur article [Malik and Qureshi, 1979], rassemblent divers mélanges réalisés à base de SF_6 sous champ uniforme afin de trouver comment réduire ses proportions. De leur étude, il ressort que des mélanges $\text{SF}_6\text{-N}_2$ avec 5% de SF_6 permettent d'obtenir le même résultat que ceux obtenus avec 60% de SF_6 pur. De même les propriétés des mélanges $\text{SF}_6\text{-NO}_2$

avec 50% de SF_6 sont équivalentes à celles obtenues avec 90% de SF_6 pur. Dans cet article, Malik évoque également le mélange du SF_6 avec des fluorocarbones. Le tableau I.4 montre les rigidités diélectriques relatives obtenues en mélangeant le SF_6 avec un ou plusieurs de ces gaz fluorocarbonés.

Composition du gaz en pourcentage							Rigidité relative
SF_6	C_4F_6	C_4F_8	$\text{c-C}_4\text{F}_8$	C_3F_8	CO_2	N_2	
100							1,0
95	5						1,1
90	10						1,17
80	20						1,30
50	50						1,75
10	10					80	0,9
20	20					60	1,07
20	30					50	1,33
10	10			10		70	0,96
10	10		10			70	0,94
10	20			10		60	1,18
10	30			10		50	1,37
10	10		10	10		60	0,97
10	10			10	35	35	0,93
10	10	10			35	35	0,98
10	20		10	10		50	1,24

TABLE I.4 – Rigidité diélectrique relative de quelques mélanges.

Il est clair d'après ce tableau qu'il est possible de limiter la quantité de SF_6 sans pour autant diminuer les propriétés diélectriques du mélange obtenu. Il est même possible de trouver des mélanges dépassant la rigidité diélectrique du SF_6 pur.

Mais il peut s'avérer nécessaire de trouver un gaz capable de remplacer complètement le SF_6 . Pour ce faire, Devins et Al ont essayé toutes sortes de molécules (voir figure I.16) et ont établi quelques règles sur le choix du gaz en prenant en compte deux critères : le champ de rupture diélectrique et la température d'ébullition.

Ainsi remplacer un atome d'hydrogène (H) par un atome de fluor (F) permet d'augmenter la tension d'apparition des décharges. Le même effet a été constaté par Sato et al. avec des molécules hydrofluorocarbonés [Sato et al., 1996]. Allonger la chaîne permet d'augmenter la tension mais augmente également la température d'ébullition. En règle générale plus la molécule est de masse élevée plus la tension mais aussi la température d'ébullition augmentent.

En faisant des compromis entre tension de rupture et température d'ébullition, il est possible de trouver plusieurs candidats potentiels. Le meilleur est CF_3CN qui possède de meilleures capacités d'isolation que SF_6 à 6 MPa et à une température inférieure à 248K. Si on s'impose que la pression maximale tolérée soit de 2 MPa, trois gaz à savoir $\text{C}_2\text{F}_5\text{CN}$, $\text{CF}_3-\text{C}=\text{C}-\text{CF}_3$

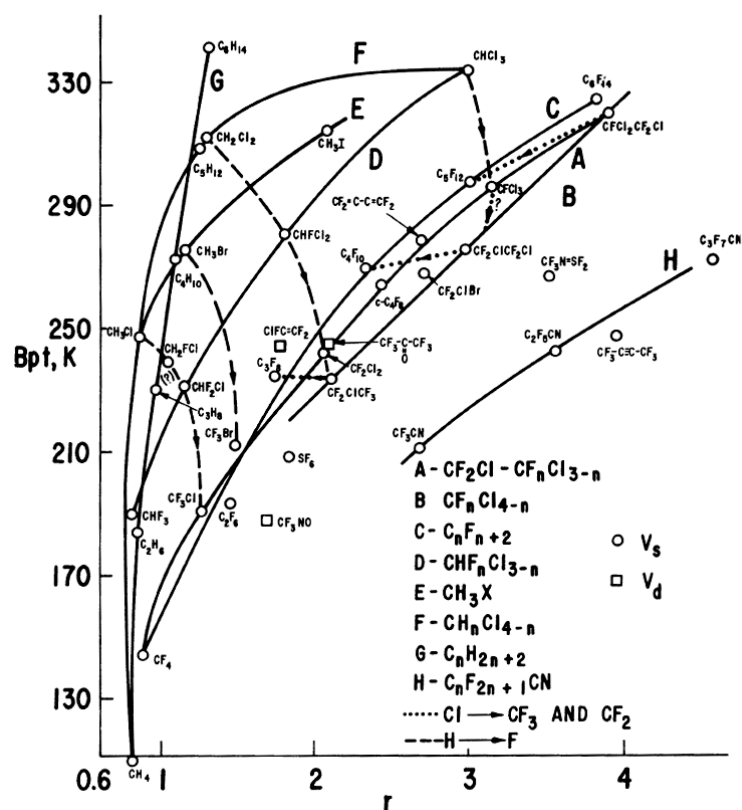


FIGURE I.16 – Relation entre tenue diélectrique relative à l'azote et la température d'ébullition [Devins, 1980].

et $\text{CF}_2\text{Cl}-\text{CF}_3$ semblent meilleurs que le SF_6 au regard de leur rigidité diélectrique.

Tout l'enjeu, ici, est donc de trouver une ou plusieurs molécules ayant quasiment les mêmes propriétés électriques tout en gardant des critères environnementaux acceptables (non toxique, pas de potentiel de déplétion ozonique et un GWP inférieur au SF_6).

Bien que l'usage en soit limité par la directive 2003/87/CE, les HydroFluoroCarbones (HFC) [Sato et al., 1996] et les PerFluoroCarbone (PFC) [Hikita et al., 2008, Yamamoto et al., 2001, Xing et al., 2009] restent des candidats plus qu'acceptables au regard de leurs propriétés.

Ainsi après avoir éliminé les molécules toxiques, celles qui ont un GWP plus important que le SF_6 (CF_3SF_5), celles qui ont un point d'ébullition trop haut (C_4F_{10}) et celles dont les propriétés sont inconnues ($1,3-\text{C}_4\text{F}_6$ et CF_3OCF_3), il ne reste qu'un nombre limité de molécules à étudier. Il s'agit de l'octafluorocyclobutane ($\text{c}-\text{C}_4\text{F}_8$), de l'octafluoropropane (C_3F_8) et du tétrafluorométhane (CF_4 dont les principales propriétés sont détaillées sur le tableau I.5).

Gaz	GWP (100 ans)	Pression de vapeur (MPa)	Température d'ébullition (°C)	Rigidité relative ¹
CF_4	6500	- ²	-128	0,43
C_3F_8	7000	0,78 (21,1°C)	-38	0,93
$\text{c}-\text{C}_4\text{F}_8$	8700	0,29 (24,3°C)	-8	1,3 - 1,4
SF_6	23900	2,28 (21,1°C)	-64	1,0
N_2	-	- ³	-196	0,4
CO_2	1	5,75 (21,1°C)	-79	0,37

TABLE I.5 – Quelques propriétés de gaz

¹ Champ Uniforme

² Gaz comprimé à la température ambiante

³ Température critique à -147,1°C. N_2 ne peut pas être liquéfié à des températures supérieures

De ces trois gaz, le $\text{c}-\text{C}_4\text{F}_8$ semble être le plus prometteur bien que C_3F_8 soit aussi une solution envisageable. Un de leur défaut toutefois est leur température d'ébullition trop élevée. C'est pour cela que ce sont souvent des mélanges avec le CO_2 ou le N_2 qui sont étudiés.

Des investigations ont déjà été réalisées sur ces gaz en haute température en configuration DBC [Lebey et al., 2010]. La figure I.17 représente les échantillons de DBC alumine utilisés par Lebey et al. dans leurs expériences.

Ces échantillons étaient ensuite placés dans une enceinte dans laquelle un gaz pouvait être injecté, l'ensemble étant placé dans un four afin de faire varier la température globale du milieu.

Il en ressort qu'une amélioration du seuil d'apparition des décharges en fonction de la température est bel et bien visible dans ces gaz (voir figure I.18).

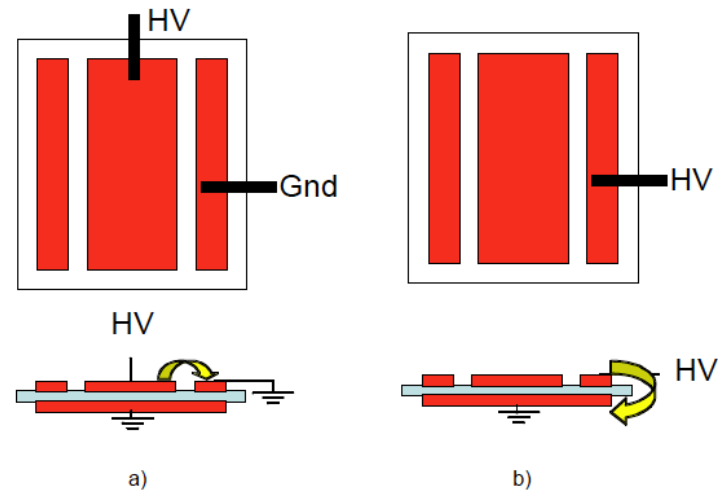


FIGURE I.17 – Echantillons testés en configuration "creepage" et "flashover".

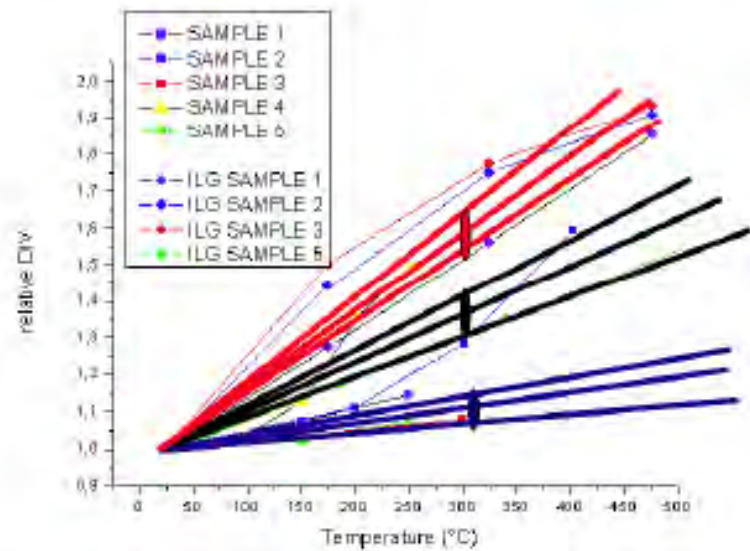


FIGURE I.18 – Seuil d'apparition des décharges dans des gaz fluorocarbonés (noir et rouge) et de l'azote (violet) en fonction de la température.

Il semble donc essentiel d'étudier le comportement de ces gaz lorsqu'ils sont soumis à un échauffement local de température et non plus à un échauffement global, ceci afin de simuler les applications réelles dans lesquelles ce sont les pertes du semi-conducteur (en conduction et en commutation) qui vont provoquer l'échauffement d'une partie du module et non l'environnement dans lequel se situe le module.

Chapitre II. Etude des propriétés diélectriques des substrats céramiques en température

Chapitre II

Etude des propriétés des substrats en température

Dans la partie précédente, nous avons vu que les gaz pouvaient être de bons candidats pour l'isolation et l'encapsulation des composants de puissance haute température. Avant d'étudier l'effet de la température sur le gaz, il est intéressant de voir comment vont se comporter les autres composants à haute température et en particulier l'isolation céramique. En effet, selon nous, les futurs composants de puissance seront constitués de semi-conducteurs à base de SiC connectés à des DBC céramiques et encapsulés dans du gaz. Il convient alors d'étudier ces céramiques et en particulier l'écoulement des charges présentes en surface. Ces charges peuvent provenir du gaz après que celui-ci ait subi des décharges. Celles-ci peuvent être néfastes pour l'isolation gazeuse en favorisant l'initiation de décharges pour des tensions plus faibles et ainsi causer la défaillance du système.

Dans cette partie, nous avons donc sélectionné trois matériaux céramiques qui semblent les plus prometteurs et nous avons caractérisé leur comportement en température à l'aide de trois techniques à savoir le potentiel de surface, la spectroscopie d'impédance et les mesures courant-tension.

II.1 Les différents types de matériaux

Les échantillons choisis correspondent aux céramiques les plus utilisées dans les modules de puissance actuels et à celles qui semblent les plus prometteuses : Il s'agit donc de l'alumine (Al_2O_3), du nitrure d'aluminium (AlN) et du nitrure de silicium (Si_3N_4). Les principales propriétés de ces trois matériaux ont été rappelées dans la partie I.3.2. Tous nos matériaux proviennent du même fournisseur.

II.2 Mesure du potentiel de surface

II.2.1 Définition

La mesure de potentiel de surface permet de mesurer la quantité de charges présentes en surface d'un échantillon.

Elle ne peut se faire sans avoir au préalable "chargé" l'échantillon, c'est à dire avoir déposé à sa surface une quantité de charges soit par contact, soit par décharge couronne ou soit par bombardement d'un faisceau d'électrons.

La technique dite "par contact" consiste à venir déposer les charges directement dans les états de surface du matériau à l'aide d'une électrode métallique. Il est à noter que certains échantillons ne peuvent pas recevoir des charges par simple contact métallique. C'est notamment le cas de l'époxy [Molinie et al., 1995].

La décharge couronne, quant à elle, permet de déposer les charges sous forme d'ions positifs ou négatifs et celles-ci vont également être transférées via les états de surface du matériau. La configuration la plus utilisée reste la configuration pointe-plan. Toutefois d'autres configurations existent comme la configuration pointe-plan avec grille permettant de fixer le potentiel et d'obtenir une homogénéisation du dépôt des charges sur toute la surface de l'échantillon sous la grille.

Le dépôt de charges par faisceau d'électrons est fondamentalement différent des deux autres car la charge est directement injectée dans le volume de l'isolant et son parcours dépend très fortement des propriétés de piégeage du matériau et de l'énergie incidente.

Une fois la surface chargée, plusieurs systèmes peuvent être utilisés comme les voltmètres électrostatiques, les sondes capacitatives ou encore les moulins à champs.

Les voltmètres électrostatiques utilisent des sondes à condensateur vibrant. Le principe est de modifier à fréquence connue, la surface utile (ou la position) de l'électrode ce qui va engendrer un courant si le champ vu par celle-ci est non nul. Ensuite il "suffit" de faire varier le potentiel pour annuler le champ en regard de l'électrode. Ainsi, si l'électrode est placée en face d'un isolant, la mesure du potentiel appliqué à l'électrode donnera la valeur de celui en surface de l'isolant.

Les sondes capacitatives utilisent une tête conductrice sur laquelle on va mesurer la charge d'influence créée par les charges en surface de l'isolant.

Les moulins à champ fonctionnent sur le même principe que les sondes capacitatives et permettent de mesurer les charges sur des temps longs et sur des surfaces larges sans toutefois avoir la dérive inévitable des sondes capacitatives (qui mesurent des variations du champ et non le champ lui même). Pour se faire des électrodes particulières ont été mises au point. Il s'agit en fait de positionner deux électrodes en vis à vis, l'une d'entre elles étant reliée à la masse. La mesure du potentiel à la surface de cette électrode permet ainsi d'avoir une référence. Grâce au design de l'électrode (voir figure II.1), il suffira de la faire tourner pour avoir soit la mesure de

la surface à analyser soit la référence.

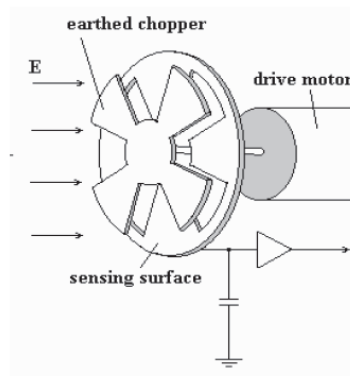


FIGURE II.1 – Moulin à champ

Toutes ces techniques permettent de mesurer la valeur puis l'évolution des charges à la surface de l'échantillon mais certaines d'entre elles peuvent aussi permettre de réaliser des cartographies afin d'avoir une meilleure idée de leur répartition en surface.

II.2.2 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est indiqué sur la figure II.2.

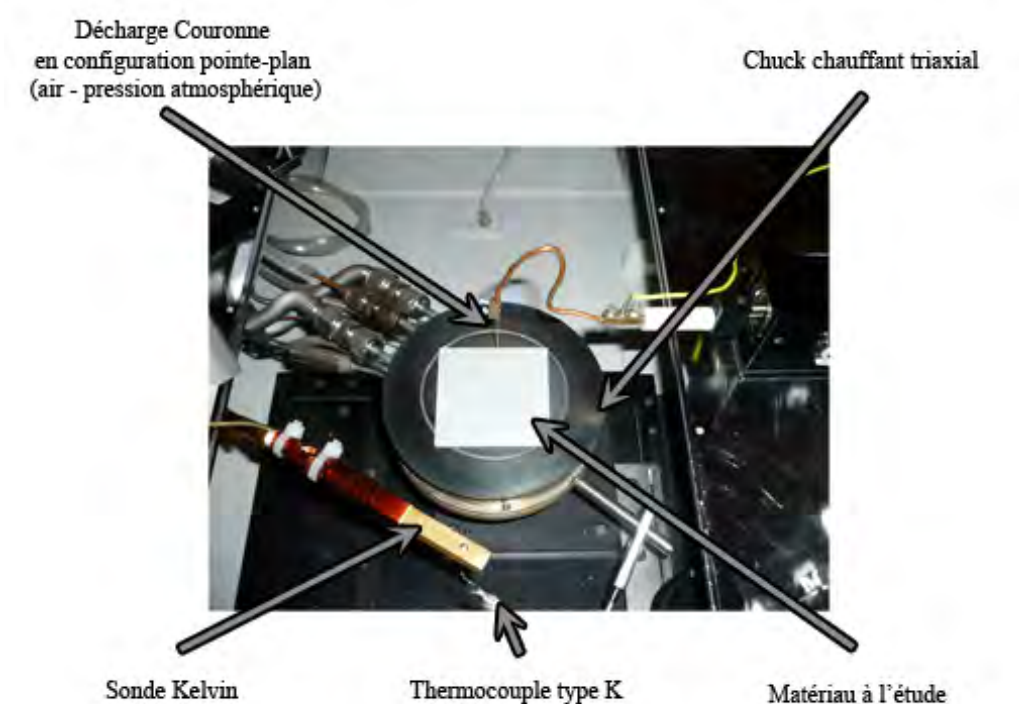


FIGURE II.2 – Dispositif expérimental du potentiel de surface

Pour la partie chargement de l'échantillon, il s'agit d'une simple configuration pointe-plan

dans l'air à la pression atmosphérique. Une pointe en tungstène de 20 μm de rayon de courbure est alimentée par un générateur haute tension DC (Fug HCN 35-3500) et placée à une hauteur de 6 mm par rapport à l'échantillon. La tension appliquée est de -3500V pendant 60s. La partie mesure est composée d'une sonde sans contact (Monroe 1017A) connectée à un voltmètre électrostatique (Monroe 244). La distance entre la sonde et la surface à mesurer est elle aussi de 6 mm. L'échantillon repose sur un chuck chauffant triaxial contrôlable en température entre 20 et 600°C. Le chuck peut être déplacé dans les 3 directions x,y,z ce qui permet de positionner l'échantillon soit dans la zone de charge soit dans la zone de mesure. La température en surface de la céramique est contrôlée via un thermocouple type K placé sur le bord de l'échantillon afin de ne pas perturber la mesure.

La procédure de mesure du potentiel de surface des céramiques est décrite dans ce qui suit. Tout d'abord, l'échantillon est nettoyé avec de l'éthanol afin de neutraliser les charges présentes puis séché avec de l'air sec. L'offset de la sonde est réglé en plaçant la sonde devant une surface métallique reliée à la masse. Les échantillons sont ensuite placés sur le chuck et chauffés aux températures désirées (25, 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350 et 400°C). Avant de charger l'échantillon, il est nécessaire de vérifier en plaçant la sonde sur la céramique qu'aucune charge n'est présente et qu'aucun retour de potentiel n'est observé [Coelho et al., 1989]. Après une décharge couronne de 60s, l'échantillon est déplacé vers la zone de mesure sous la sonde électrostatique et la valeur du potentiel est enregistrée, à l'endroit correspondant au maximum du potentiel à savoir sous la pointe, toutes les 10s pendant 300 ou 600s. Pour éviter d'endommager la sonde compte tenu des températures élevées, celle-ci n'est placée sur l'échantillon que pendant 1 ou 2 s puis est retirée pendant les secondes restantes. Un thermocouple type K permet de vérifier la température de la sonde pendant qu'elle est retirée.

II.2.3 Résultats

La figure II.3 montre les différentes évolutions du potentiel de surface en fonction du temps pour les différentes températures et les différents matériaux.

La première observation est que quel que soit l'échantillon le potentiel de surface décroît avec le temps. Ceci signifie que la quantité locale de charges en surface diminue avec le temps.

Sur la figure II.4 sont décrites les différentes possibilités de neutralisation des charges placées à la surface d'un isolant.

La charge peut être neutralisée par les charges libres provenant du gaz qui entoure l'isolant.

Le champ lié aux charges déposées en surface peut soit orienter des dipôles déjà existant soit créer des dipôles dans le volume du diélectrique provoquant en surface une charge de signe opposé. La conduction volumique ionique ou électronique peut conduire aux mêmes résultats. Il s'agit de polarisation interne.

La conduction de surface peut aussi être une cause du déclin du potentiel tout comme l'injection de charges dans le volume.

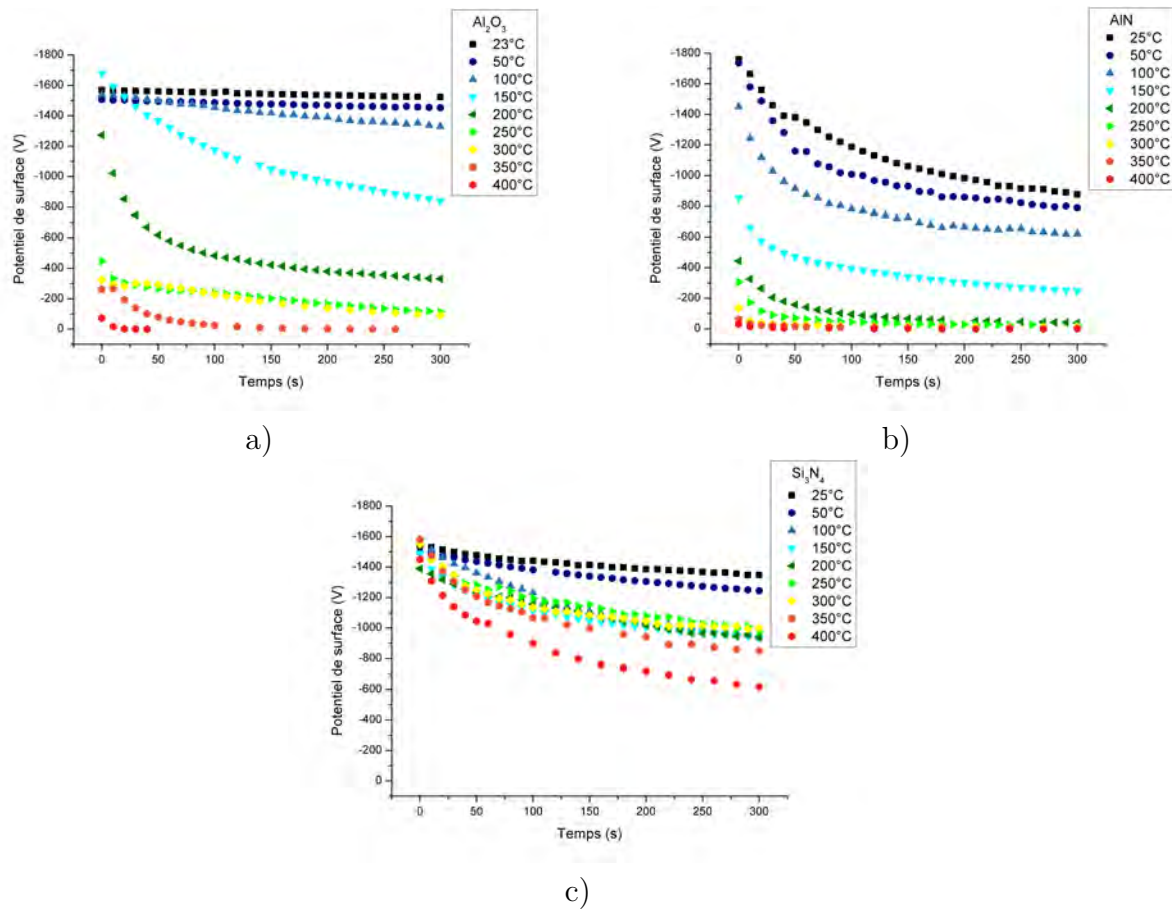


FIGURE II.3 – Décroissance du potentiel de surface de a) Al_2O_3 , b) AlN et c) Si_3N_4 pour différentes températures.

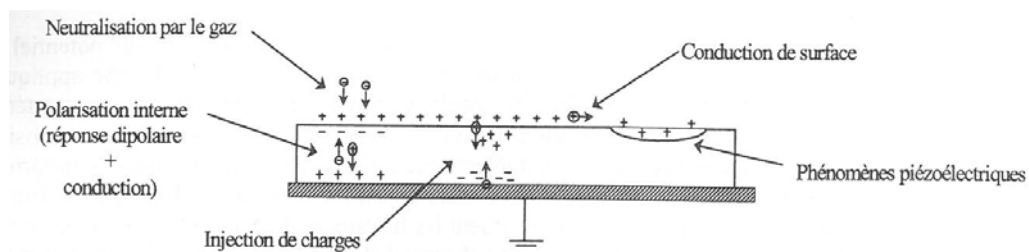


FIGURE II.4 – Différents processus de neutralisation de la charge déposée sur un isolant [Molinie and Llovera, 2000]

Enfin, les phénomènes piézoélectriques peuvent aussi contribuer aux variations du potentiel de surface d'un matériau. En effet la charge déposée crée une force sur le matériau subissant une contraction du volume pouvant générer une charge par piézo-électricité.

Tous ces phénomènes peuvent contribuer aux phénomènes de déclin du potentiel dans des proportions plus ou moins importantes en fonction des conditions et du matériau envisagé.

Dans nos conditions expérimentales, la neutralisation dans l'atmosphère peut facilement être écartée au vu des constantes de temps de ce mécanisme qui sont bien supérieures à nos temps de mesures. On peut trouver un exemple de neutralisation par le gaz dans des études menées par Coelho et al sur le Téflon [Coelho et al., 1986]. La conduction de surface peut aussi être une cause du déclin mais ne devient dominante que dans très peu de cas [Crisci et al., 1998]. L'hypothèse la plus vraisemblable est le passage des charges en volume qui a été étudié par de nombreux auteurs [Ieda et al., 1967, Coelho and Bouguila, 1988, Min et al., 2012a,b]. Cette hypothèse sera étudiée et vérifiée dans les deux prochaines expériences.

En traçant les décroissances des trois échantillons à température ambiante comme dans la figure II.5, il est possible de voir que l'alumine est celle qui conserve le plus de charges en surface. En effet, en 300s, l'alumine subit une chute de potentiel de 46V alors que le nitrure de silicium et le nitrure d'aluminium voient leur charge en surface diminuer beaucoup plus (environ 190V et 880V respectivement). Il est aussi intéressant d'observer qu'en appliquant une même tension, il est possible d'obtenir un potentiel de surface initial quelque peu différent en particulier pour l'AlN. Ceci peut s'expliquer de plusieurs façon à commencer par la distance "inter-électrodes" (ou plus précisément la distance à la masse) qui est différente entre l'alumine et le nitrure d'aluminium. Ceci est dû à la différence d'épaisseur de la céramique (la distance céramique-pointe, elle, est constante). Bien que cela soit la cause la plus probable, d'autres peuvent être citées comme le court laps de temps entre le chargement de l'échantillon et la mesure qui laisse s'écouler quelques secondes et donc les charges ont déjà commencé à se déplacer ou la différence de conductivité surfacique qui peut entraîner une diffusion latérale des charges plus importantes pendant le chargement de l'échantillon.

L'augmentation de la température a le même effet sur les 3 céramiques à savoir une augmentation de la vitesse de décroissance des charges en surface. Ceci est probablement dû à l'évolution des propriétés surfaciques et/ou volumiques du matériau avec la température. Ce point sera abordé dans la section suivante.

Afin de mieux observer les différences entre les trois céramiques, la figure II.6 représente la valeur du potentiel de surface à $t=300s$ pour chaque céramique en fonction de la température.

Jusqu'à 100°C, les comportements sont analogues avec une élévation de la température qui conduit à une réduction du potentiel de surface à $t=300s$ sensiblement identique pour les 3 matériaux. Au delà de 100°C, deux comportements différents sont observés, le premier est celui de l'alumine et de l'AlN qui voient leur potentiel de surface chuter drastiquement jusqu'à tendre vers 0V à partir de 200°C. Les informations obtenues à partir de la figure II.3 permettent de constater que les charges ne restent en surface qu'une centaine de secondes pour Al_2O_3 à 350°C

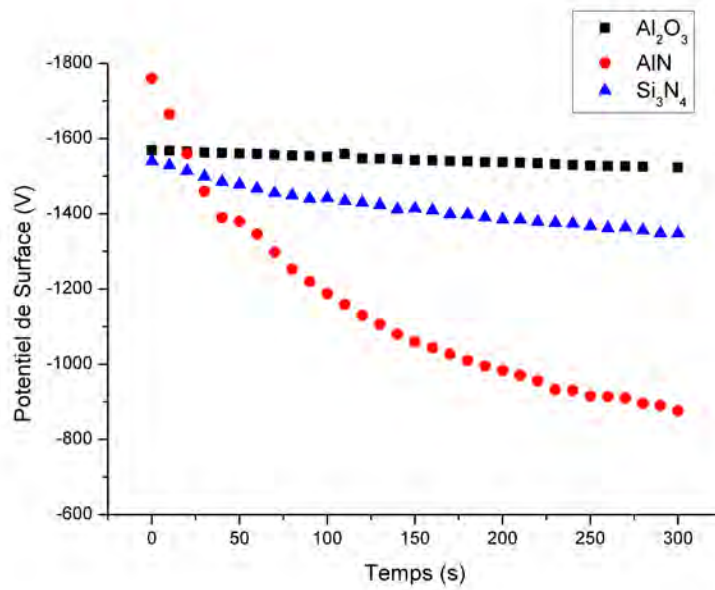


FIGURE II.5 – Décroissance du potentiel des trois céramiques à 25°C

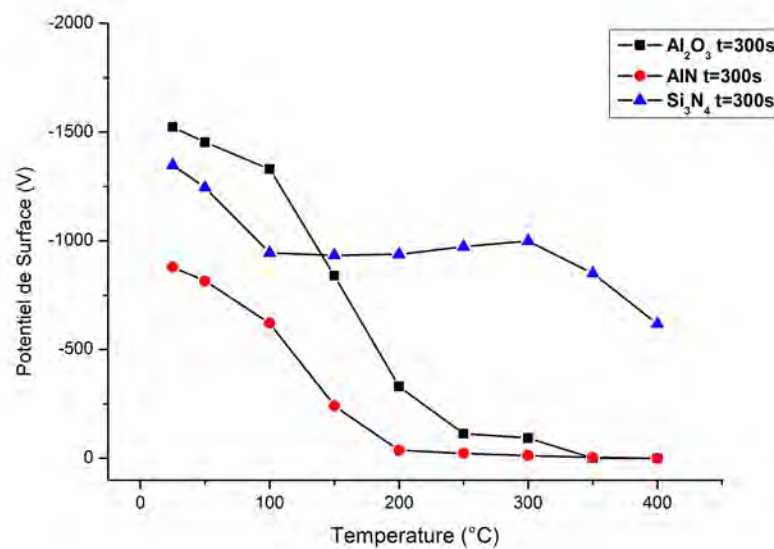


FIGURE II.6 – Potentiel de surface isochrone de chaque céramique en fonction de la température

et 10s à 400°C. Pour l'AlN au bout de 100s à 250°C il n'y a plus de charge et à 400°C, le temps de passer de la zone de décharge à la zone de mesure, il n'y a déjà plus de charge. Le Si₃N₄ quant à lui se comporte de manière tout à fait différente. En effet de 100°C à 300°C, au bout de 300s, le potentiel de surface a sensiblement la même valeur et il reste donc encore beaucoup de charges en surface (le potentiel de surface correspondant étant de -900V environ). Pour des températures encore plus élevées, le potentiel commence à décroître selon quasiment la même variation qu'entre 20 et 100°C si bien qu'à 400°C et après 300s, un potentiel de près de -600V en surface du Si₃N₄ peut encore être mesuré.

Afin de comprendre l'origine de la décroissance des charges et de trouver ce qui différencie réellement le Si₃N₄ des deux autres matériaux, une étude de leurs propriétés volumiques s'avère donc nécessaire.

II.3 Mesure par spectroscopie d'impédance

II.3.1 Définition

La mesure par spectroscopie d'impédance est d'un certain point de vue assez simple puisqu'il ne s'agit que d'une mesure de courant et tension sous faible champ variable. Plus précisément, l'échantillon est soumis à une tension sinusoïdale et la mesure de l'amplitude du courant et de son déphasage avec la tension va donner des informations sur plusieurs paramètres. Par exemple, le rapport des amplitudes de courant et de tension permet de remonter au module de l'impédance $|Z|$. Le déphasage entre la tension et le courant permet quant à lui de remonter aux parties réelles et imaginaires de l'impédance complexe Z^* ce qui permet d'écrire l'équation suivante.

$$Z^*(\omega) = Z'(\omega) + iZ''(\omega) = \frac{U_0}{I_0}(\cos(\theta(\omega)) + i\sin(\theta(\omega))) \quad (\text{II.1})$$

La permittivité diélectrique complexe ainsi que le facteur de pertes diélectriques sont donnés par :

$$\epsilon^*(\omega) = \epsilon'(\omega) + i\epsilon''(\omega) = \frac{-i}{\omega Z^*(\omega)C_0} \quad (\text{II.2})$$

$$\tan(\delta(\omega)) = \frac{\epsilon''(\omega)}{\epsilon'(\omega)} = -\frac{Z'(\omega)}{Z''(\omega)} \quad (\text{II.3})$$

où C_0 est la capacité géométrique sans diélectrique et $\delta = \frac{\pi}{2} - \theta$ est l'angle de pertes diélectriques.

Les autres paramètres ne peuvent être obtenus qu'en utilisant un modèle du comportement de l'isolant à l'aide d'un circuit électrique équivalent constitué de composants passifs R, L et C en série ou en parallèle.

II.3.2 Dispositif expérimental

Les mesures de spectroscopie diélectrique ont été réalisées à l'aide d'un spectromètre diélectrique large bande Novocontrol Alpha-A (voir figure II.7) sous gaz inerte (Azote) qui permet la caractérisation des échantillons en température (de -150°C à 400°C avec une précision de $0,1^{\circ}\text{C}$) et en fréquence (entre $10\ \mu\text{Hz}$ et 10MHz). Les tensions en régime alternatif et continu qui sont applicables varient entre $10\text{mV} < U_{\text{alternative}} < 150V_{\text{rms}}$ et $0,5\text{V} < U_{\text{continue}} < 1,5\text{V}$.



FIGURE II.7 – Photographie du Novocontrol Alpha-A

Dans notre étude, les échantillons seront soumis à une tension alternative de $1\ V_{\text{RMS}}$ avec un balayage en fréquence allant de $0,1\ \text{Hz}$ à $1\ \text{MHz}$ et sur une gamme de température allant de la température ambiante à 400°C par pas de 10°C . Pour chaque température, le module de l'impédance et le déphasage sont mesurés à toutes les fréquences explorées.

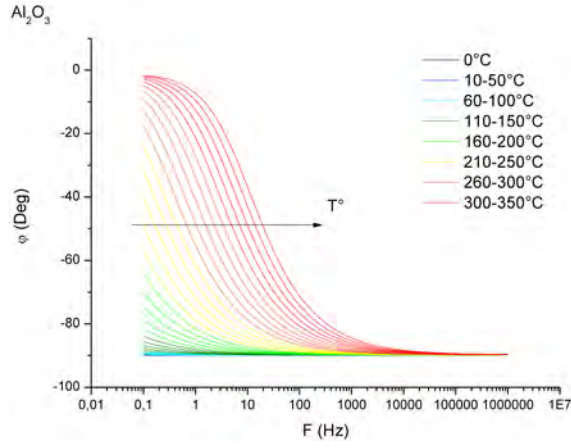
Afin d'assurer un bon contact électrique entre les électrodes et la céramique, celle-ci va être recouverte d'une fine couche d'or ($90\ \text{nm}$) déposée par pulvérisation cathodique.

Une calibration à l'aide d'une capacité de faible pertes de 100pF a été réalisée avant chaque mesure.

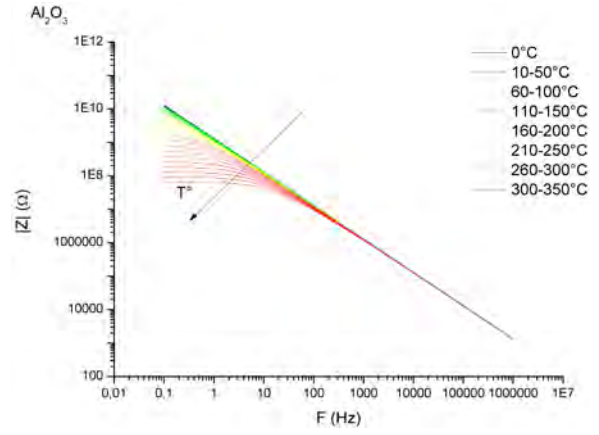
II.3.3 Résultats

Les résultats concernant le module de l'impédance ainsi que le déphasage des trois céramiques en température et en fréquence sont données dans les figures II.8 et II.9.

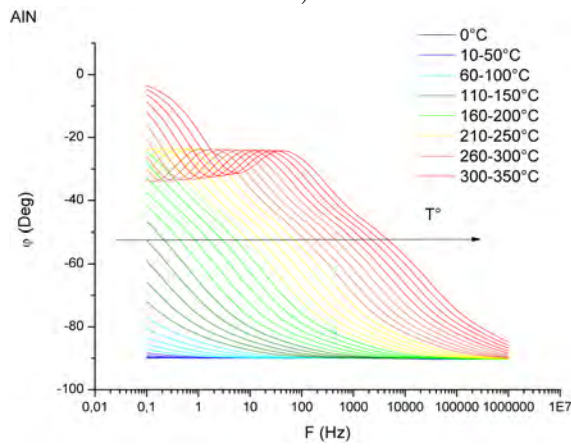
Nous nous focalisons sur les valeurs du déphasage à $f=0,1\text{Hz}$ et à la pente du module de l'impédance à basse fréquence afin de se retrouver dans des conditions proches de celles observées



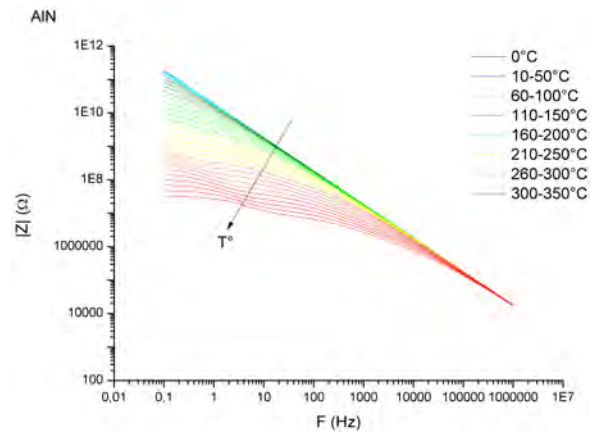
a)



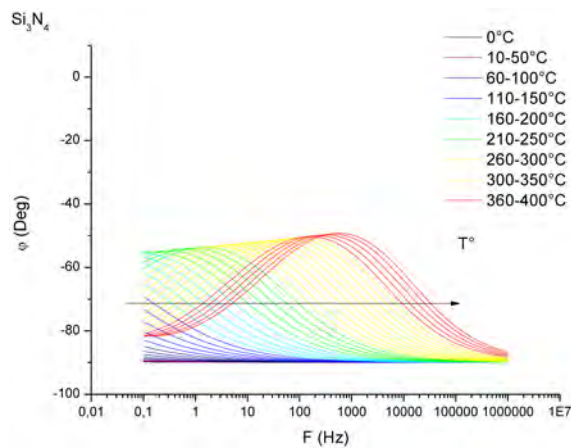
a)



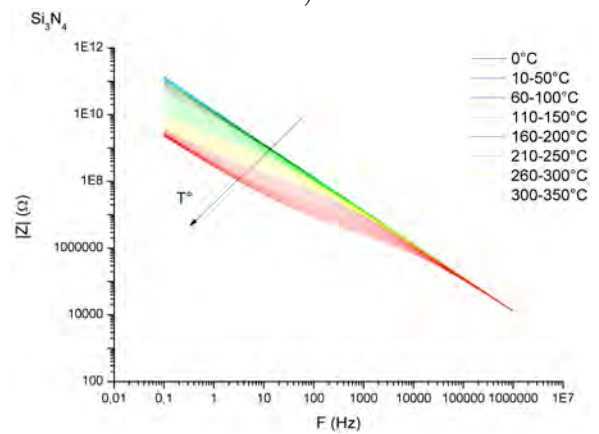
b)



b)



c)



c)

 FIGURE II.8 – Déphasage en fonction de la fréquence de a) Al_2O_3 , b) AlN et c) Si_3N_4 pour différentes températures.

 FIGURE II.9 – Module de l'impédance Z en fonction de la fréquence de a) Al_2O_3 , b) AlN et c) Si_3N_4 pour différentes températures.

lors des mesures du potentiel de surface (tension continu). Ces valeurs ont été extraites puis tracées dans les figures II.10 et II.11.

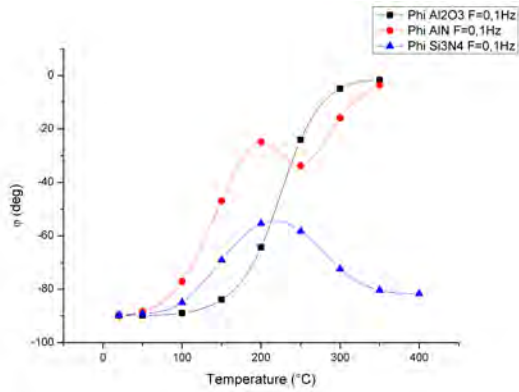


FIGURE II.10 – Valeur du déphasage à iso-fréquence pour différentes températures.

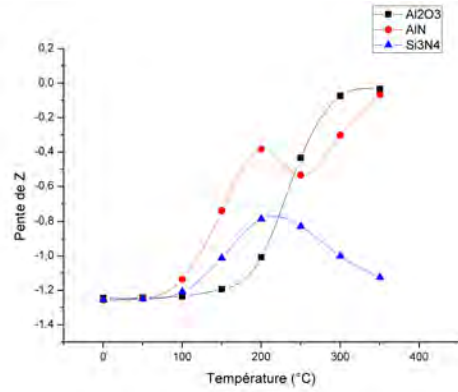


FIGURE II.11 – Valeur de la pente de $|Z|$ à basse fréquence pour différentes températures.

A température ambiante les trois céramiques ont des comportements quasi-similaires avec des valeurs de déphasage de -90° et des pentes négatives semblables à savoir $-1,24$ pour Al_2O_3 , $-1,26$ pour l' AlN et $-1,25$ pour Si_3N_4 . Les matériaux présentent donc une réponse capacitive dans ces conditions. Les valeurs de capacité et de permittivité relative sont données dans le tableau II.1.

Ensuite, tout comme pour le potentiel de surface, deux comportements différents sont visibles à haute température. Tout d'abord l' Al_2O_3 et l' AlN , voient à mesure que la température augmente, le déphasage et la pente du module de Z tendre vers 0. Ces céramiques passent donc d'un comportement capacitif à un comportement résistif lorsque la température augmente ce qui avait été observé précédemment. Les charges seraient donc injectées dans le matériau et disparaîtraient plus rapidement dans l'hypothèse d'une injection.

Le Si_3N_4 n'a quant à lui pas le même comportement car même si une diminution du déphasage et de la pente avec la température sont observés, ce phénomène se ralentit et la céramique présente un déphasage d'environ 80° et une pente de $-1,12$ à 400°C soit un comportement quasi capacitif.

Il semblerait au vu des résultats que la décroissance des charges en surface des céramiques soit principalement liée à une injection dans le volume des charges comme en témoigne le changement de régime (capacitif à résistif) de l'alumine et du nitrure d'aluminium. Le nitrure de silicium qui quant à lui possède toujours des charges en surface présente encore et toujours le même caractère capacitif à haute température.

Afin de confirmer ces hypothèses, les constantes de déclin du potentiel étant supérieures à 10s, il est nécessaire pour pouvoir s'approcher des conditions du potentiel de surface de passer à une analyse des propriétés volumiques en continu.

Température	Al ₂ O ₃		AlN		Si ₃ N ₄	
	ϵ_R	C_p (pF)	ϵ_R	C_p (pF)	ϵ_R	C_p (pF)
25	10	2,6	12,3	2,1	10,9	2,8
50	10,1	2,6	12,5	2,2	11	2,8
100	10,3	2,7	15,7	2,7	12,2	3,1
150	11,3	2,9	37	6,4	11,3	2,9
200	14,8	3,8	149	26	51,7	13,3
250	22,1	5,7	1330	230	170	43,8
300	29,9	7,6	2889	500	370	95,2
350	57	14,6	4259	700	526	135,3

TABLE II.1 – Valeur des capacité et permittivité obtenues pour les 3 céramiques en fonction de la température à 0,1Hz

II.4 Mesure de conduction DC

II.4.1 Définition

La mesure de conduction volumique en DC ainsi que les différents modèles de conduction possibles et les manières de les dissocier sont présentés succinctement dans ce qui suit. La mesure en elle-même est extrêmement simple car elle ne consiste qu'en l'application d'une tension continue sur l'échantillon à tester et au suivi de l'évolution du courant au cours du temps. Le profil de courant observé est visible sur la figure II.12, il consiste en une première phase transitoire décroissante liée au courant de déplacement et en une phase de stabilisation appelée courant de conduction. La durée du régime transitoire dépend de la nature de l'isolant, du champ appliqué et des conditions expérimentales (température, humidité, pression).

Une fois le courant de conduction enregistré, il est nécessaire de dépolariser l'échantillon soit en le court-circuitant soit en le laissant se décharger seul jusqu'à ce que le courant tende vers 0 (i.e. la limite de l'appareil de mesure). Le temps de dépolarisation doit être entre 3 et 6 fois le temps de polarisation de l'échantillon. Dès que plusieurs valeurs de courant de conduction correspondant à plusieurs valeurs de tension sont enregistrées, il est possible de tracer des courbes des isochrones I-V qui permettent de déterminer le type de conduction rencontré dans les matériaux étudiés.

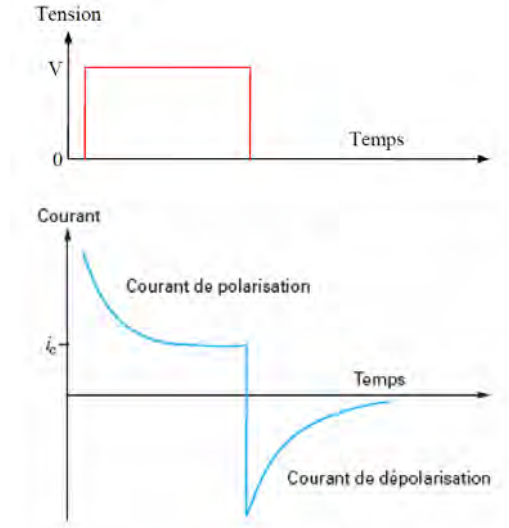


FIGURE II.12 – Evolution des courants de polarisation et de dépolarisation lors de l'application d'un créneau de tension [Ségui, 2000].

II.4.2 Les différents types de conduction

Il existe deux grands types de conduction, une conduction liée à l'interface métal-isolant et l'autre liée au volume.

Conduction liée aux interfaces

Pour rentrer ou sortir du volume de l'isolant, les porteurs de charges doivent être injectés depuis le niveau de Fermi de l'électrode vers la bande de conduction ou les états localisés. Lorsqu'un champ électrique est appliqué, la hauteur de la barrière de potentiel s'en trouve abaissée (voir figure II.13), et trois possibilités pour que les charges soient injectées dans le volume existent.

La première est de passer par dessus la barrière de potentiel. Il s'agit de l'effet thermoélectrique ou Schottky. La deuxième est de passer à travers la barrière par effet tunnel avec une énergie constante. Et enfin la dernière est le passage au travers de la barrière après un gain d'énergie (thermique par exemple). Les voies 2 et 3 sont appelées Fowler-Nordheim.

Effet Schottky

L'effet Schottky [Schottky, 1914] est régi par la loi suivante :

$$J = AT^2 e^{-\frac{\phi_0 - \beta_s E^{1/2}}{kT}} \quad (\text{II.4})$$

où J est la densité de courant en A/cm^2 , ϕ_0 est le travail de sortie du métal en eV , E est le champ électrique à l'interface en V/m et k la constante de Boltzman qui vaut $8,617 \cdot 10^{-5} eV.K^{-1}$.

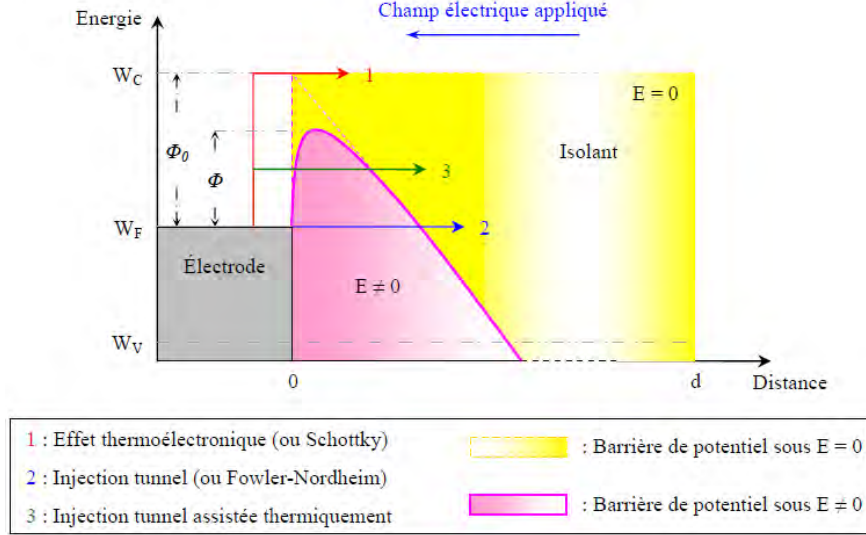


FIGURE II.13 – Diagramme des bandes d'énergies à l'interface métal-isolant.

β_s et A représentent respectivement la constante de Schottky et de Richardson-Schottky et s'expriment de la manière suivante :

$$\beta_s = \frac{q^3}{4\pi\epsilon_r\epsilon_0} \quad (\text{II.5})$$

$$A = \frac{4\pi mk^2}{h^3} \quad (\text{II.6})$$

Avec q la charge élémentaire égale à $1,602 \cdot 10^{-19} \text{ eV}$ et ϵ la permittivité du matériau en F/m .

La manière la plus simple de reconnaître un effet Schottky est d'effectuer le tracé du courant dans le plan $\log(J) = f(E^{1/2})$. S'il s'agit d'une droite alors le mécanisme peut être celui de Schottky. La valeur de la pente $\left(\frac{\beta_s}{kT}\right)$ permet de retrouver la constante de Schottky alors que l'ordonnée à l'origine $\left(\log AT^2 - \frac{\phi_0}{kT}\right)$ permet de remonter au travail de sortie du métal.

En regardant l'expression du courant, on peut voir que ce mécanisme est dépendant de la température et de la nature des électrodes.

Effet Fowler-Nordheim

L'électron doit donc ici passer au travers de la barrière par effet tunnel avec ou sans gain d'énergie [Fowler and Nordheim, 1928] . Ce mécanisme connu sous le nom de Fowler-Nordheim est indépendant de la température et a pour expression :

$$J = B.E^2 e^{-\frac{C}{E}} \quad (\text{II.7})$$

Avec $B = \frac{q^3}{8\pi h \phi_0}$ et $C = \frac{8\pi(2m)^{1/2}\phi_0^{3/2}}{3hq}$, h la constante de Plank égale à $6,626.10^{-34} J.s$ et m la masse d'un électron égale à $9,109.10^{-31} kg$

Ce mécanisme est aisément reconnaissable car il est le seul ayant une dépendance en $1/E$. Le tracé du courant dans le plan $\log(J/E^2) = f(1/E)$ permet d'obtenir une droite.

Conduction dans le volume

La conduction dans le volume peut être liée à plusieurs causes comme les charges d'espace, on parle alors de courant limité par charge d'espace (SCLC) ou encore une conduction de type Poole-Frenkel, ou une conduction par saut (Hopping). Ces trois mécanismes vont être brièvement décrits ci-dessous.

Courant limité par charge d'espace SCLC

L'évolution de la densité de courant en fonction de la tension est visible sur la figure II.14.

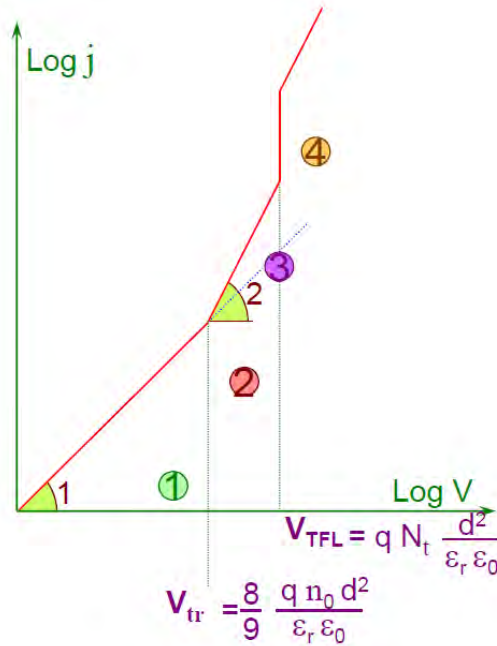


FIGURE II.14 – Caractéristiques courant-tension d'un phénomène lié au courant limité par charge d'espace.

Dans celle-ci apparaît quatre zones :

- première région à champ faible : le courant résulte des porteurs intrinsèques qui sont majoritaires par rapport à l'injection de charges. Le courant va donc suivre la loi d'Ohm :

$$j = q.n_0.\mu.E \quad (II.8)$$

Avec j la densité de courant, n_0 le nombre de porteurs intrinsèques, μ la mobilité des porteurs et E le champ électrique.

- la deuxième région à champ moyen : ici le champ est suffisant pour que l'injection de charge contribue à la conduction.

Le courant limité par charge d'espace peut être modélisé par la loi de Mott-Gurney [Mott and Gurney, 1940] :

$$j = \frac{9}{8} \epsilon_r \epsilon_0 \mu \theta \frac{V^2}{d^3} \quad (\text{II.9})$$

Avec V la tension appliquée à l'échantillon, d l'épaisseur de l'échantillon, ϵ_0 la permittivité du vide et ϵ_r la permittivité relative du matériau

Dans cette zone, il est nécessaire de tenir compte des pièges, c'est pourquoi un coefficient θ représentant la fraction des porteurs libres injectés (n) par rapport aux porteurs piégés (n_t) va permettre d'obtenir la mobilité effective des charges.

$$\theta = \frac{n}{n_t} = \frac{N_c}{N_t} e^{-\frac{\phi_t}{kT}} \quad (\text{II.10})$$

Avec N_c la densité effective d'états dans la bande de conduction et N_t la concentration de pièges ayant un énergie ϕ_t . Le taux d'occupation des pièges est un équilibre entre le piégeage des charges et leur ré-émission due à la température.

La transition entre la zone 1 et la zone 2 est donnée par la relation suivante :

$$V_{tr} = \frac{8}{9} \frac{q n_0 d^2}{\epsilon_r \epsilon_0} \quad (\text{II.11})$$

- La troisième région à champ élevé représente le seuil limite de remplissage des pièges (TFL).

$$V_{TFL} = q N_t \frac{d^2}{\epsilon_r \epsilon_0} \quad (\text{II.12})$$

Pour certains matériaux, il n'est pas possible d'atteindre la région 3 car la rupture du matériau est observée avant.

- Dans la quatrième région à champ fort, tous les pièges sont remplis, il en résulte donc un isolant sans piège. On retrouve donc la loi de Mott-Gurney sans le paramètre θ :

$$j = \frac{9}{8} \epsilon_r \epsilon_0 \mu \frac{V^2}{d^3} \quad (\text{II.13})$$

Poole-Frenkel

Ce phénomène repose sur la situation énergétique qu'un porteur possède dans l'environnement d'un piège coulombien à l'intérieur du matériau dès lors que l'on applique un champ électrique extérieur (voir figure II.15).

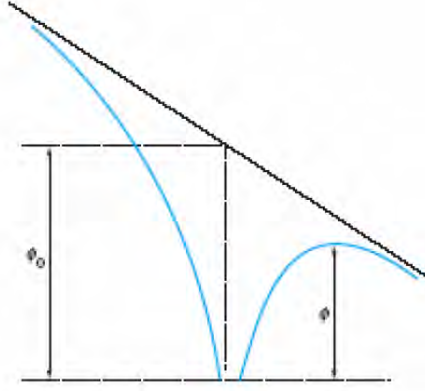


FIGURE II.15 – Diagramme de bande dans le cas de l'effet Poole-Frenkel [Ségui, 2000].

Il est possible de faire une analogie entre ce phénomène et celui de Schottky. Le porteur venant de la bande de conduction va sous l'effet du champ être piégé dans un site à une profondeur ϕ_0 . Pour contribuer au courant le porteur doit s'extraire de ce piège en franchissant une hauteur de barrière. C'est l'énergie thermique représentée par le paramètre kT qui va permettre ce saut [Frenkel, 1938].

L'équation suivante montre l'expression du courant :

$$J = J_0 e^{-\frac{\phi_0 - \beta_{PF} E^{1/2}}{kT}} \quad (\text{II.14})$$

Avec $\beta_{PF} = \left(\frac{q^3}{\epsilon_r \epsilon_0}\right)^{1/2}$ appelée constante de Poole-Frenkel.

Tout comme Schottky, ce mécanisme est reconnaissable en traçant l'évolution du courant dans le plan $\log(J) = f(E^{1/2})$ et permet de remonter à β_{PF} . Pour les distinguer l'un de l'autre expérimentalement, il "suffit" de refaire la même expérience avec des électrodes présentant un travail de sortie totalement différent. Si la courbe change alors il s'agit d'une conduction liée à l'interface et donc le mécanisme sera de type Schottky, il s'agira de Poole-Frenkel dans le cas contraire.

Un lien existe entre la constante de Poole-Frenkel et la constante de Schottky :

$$\beta_{PF} = 2\beta_S \quad (\text{II.15})$$

Il est possible de tracer $\log(J) = f(\frac{1}{T})$ et ainsi de remonter à la hauteur de barrière ϕ_0 .

Conduction par saut (Hopping)

La conduction par saut ou hopping est un phénomène qui pour être mis en évidence doit être mesuré à très basse température sinon celui-ci est masqué par les autres phénomènes de conduction. Nous pouvons tout de même donner l'équation de N.Mott qui donne la conductivité obtenue par saut :

$$\sigma = \sigma_0 e^{-AT^4} \quad (\text{II.16})$$

avec A une constante dépendant de la densité et de la nature des pièges

II.4.3 Dispositif expérimental

La première étape afin de réaliser une mesure de conduction est la métallisation des échantillons. Dans notre étude, l'échantillon sera composé de trois électrodes (voir figure II.16).

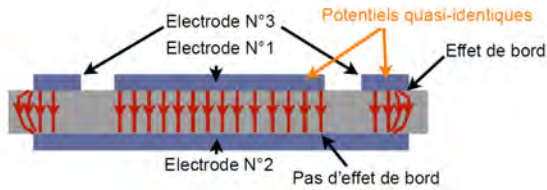


FIGURE II.16 – Vue Schématique d'un échantillon pour la mesure de la conduction volumique

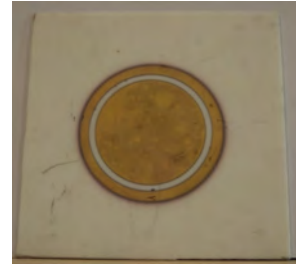


FIGURE II.17 – Photographie d'un échantillon d'alumine recouvert d'électrodes en or

L'électrode n°2 permet d'appliquer la tension via la source d'un électromètre Keithley 6517A, l'électrode n°1 est relié à ce même électromètre pour la mesure du courant et l'électrode n°3 appelée anneau de garde permet de s'affranchir des effets de bords et ainsi de négliger les courants surfaciques.

Les échantillons vont donc être recouverts d'une couche de 90 nm d'or déposé par pulvérisation cathodique. Les dimensions des électrodes suivent les recommandations de la norme ASTM D-257 qui précise que la taille des électrodes doit être au moins 4 fois supérieure à l'épaisseur de l'échantillon et que le gap entre l'électrode de mesure et l'anneau de garde doit être deux fois supérieur à l'épaisseur de l'échantillon.

Les échantillons étant de 635 μm d'épaisseur, l'électrode centrale est de 25 mm avec un écart d'électrode de 1,3 mm (voir figure II.17). Sur la figure II.18 est représenté le circuit de mesure ainsi qu'une photo du porte-échantillon permettant la connexion des divers éléments.

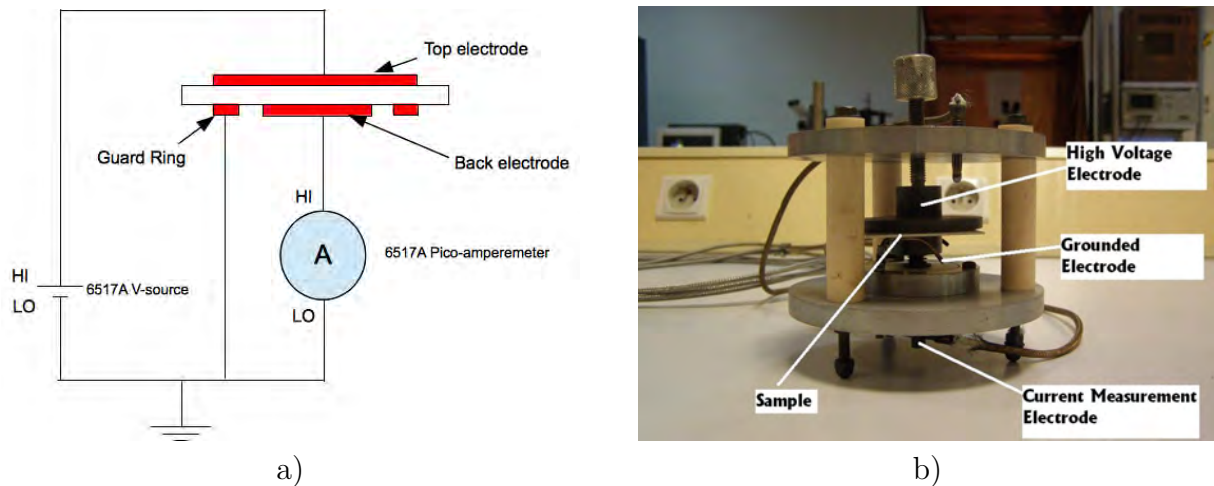


FIGURE II.18 – a) Technique de mesure de résistivité de volume b) Photographie du porte-échantillon

Comme indiqué précédemment, le matériel nécessaire se compose d'un électromètre Keithley 6517A qui joue le rôle de source de tension et de mesure du courant, d'un câble triaxial permettant la connexion avec le porte-échantillon qui va être placé dans un four haute-température permettant de réaliser des paliers.

Le protocole expérimental est le suivant : l'échantillon est nettoyé avec de l'éthanol puis placé sur le porte-échantillon et dans le four. La température du four est fixée et, après stabilisation, le programme de mesure peut être réalisé. Il s'agit d'un programme Labview développé au sein de notre groupe pour réaliser la mesure de conduction DC en contrôlant l'électromètre afin qu'il délivre une tension continue pendant une durée fixée tout en faisant l'acquisition du courant en parallèle. Dans ce programme simplifié, il faut choisir la tension initiale, la tension finale ainsi que le nombre de points de mesure. Ainsi ce programme va nous permettre de réaliser 10 points de mesures entre 100V à 1000V (maximum de tension délivrable par le Keithley). Les points sont choisis pour que l'intervalle soit constant sur une échelle logarithmique.

Compte tenu des résistivités des matériaux et de la gamme de tension (faible) disponible, il est impossible d'avoir des courants mesurables avec le Keithley à des températures inférieures à 200°C. Ceci n'est toutefois pas un problème vu que des études ont déjà été réalisées sur ces échantillons à basse température et que notre but ici est de comprendre les mécanismes se produisant à haute température.

Une fois la plage de tension et le nombre de points choisis, il faut fixer le temps de polarisation et le temps de dépolarisation. Pour le faire correctement, il est nécessaire dans un premier temps de faire un test de polarisation à temps très long et d'observer quand le régime de conduction est atteint. Il en est de même pour la dépolarisation. Une fois les paramètres trouvés, il suffit de les changer manuellement dans le programme qui les prendra en compte directement. Ainsi si l'utilisateur juge que le régime de conduction n'est pas atteint, il peut avant la fin du temps imparti augmenter le temps de polarisation.

Une fois la séquence de ce programme terminée, il faut passer à une autre température ou

échantillon et recommencer les mesures. Le traitement des fichiers permet de tracer les courbes $I(t)$, d'en extraire le courant de conduction et de le tracer en fonction des divers mécanismes étudiés pour vérifier le ou les mécanisme(s) à l'origine de la conduction dans ces céramiques.

II.4.4 Résultats

Dans cette partie les données relatives aux trois échantillons vont être analysées en commençant par l'alumine.

L'Alumine

La figure II.19 présente les courbes $I(t)$ obtenues avec l'alumine à 200°C. Bien entendu pour chaque température les courbes $I(t)$ ont été tracées et les courants de conduction ont pu être déterminés assez facilement.

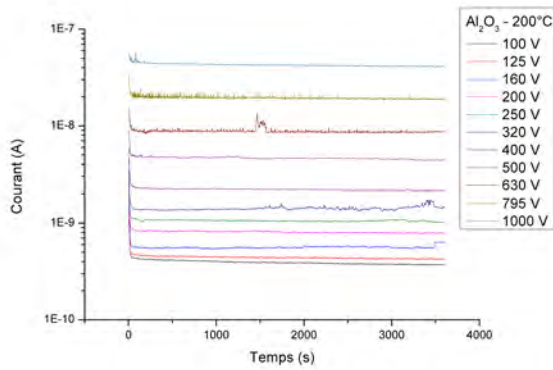


FIGURE II.19 – Courbe de polarisation de l'alumine à 200°C en fonction du temps pour plusieurs tensions.

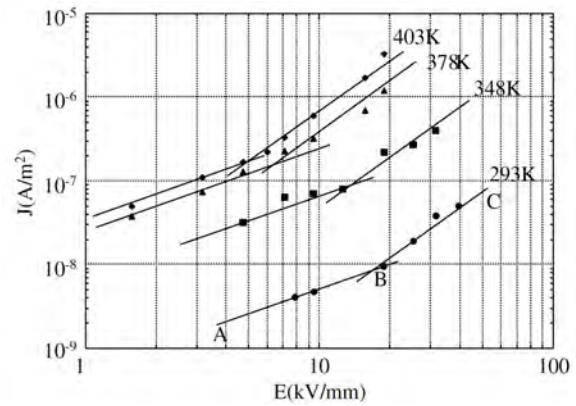


FIGURE II.20 – Caractéristiques (Log J - Log E) en fonction de la température sur Al_2O_3 [Talbi et al., 2007].

Des résultats précédents réalisés par Talbi et al. [2007] montrent que la conduction de l'alumine est lié au volume et plus précisément qu'il s'agit d'un courant limité par charge d'espace (voir figure II.20). Malheureusement, ces mesures n'ont été réalisées que jusqu'à 130°C.

Afin de vérifier si ce phénomène de conduction est le même à haute température, la figure II.21 représentant $\log J$ en fonction de $\log E$ a été tracée pour des températures plus élevées.

Sur cette figure, deux régions sont en effet visibles, représentées par deux droites dont les pentes sont présentées dans le tableau II.2.

La première région à champ faible avec une pente proche de 1 correspond à un régime ohmique. La deuxième région à champ fort, présente des pentes proches de 4. Ceci n'est pas en accord avec un courant limité par charge d'espace classique dont la pente théorique est de 2. Toutefois, ce phénomène a déjà été observé dans des matériaux cristallins [Rose, 1955]. Ceci est en effet dû à des charges piégées dans le réseau cristallin. Dans le cas parfait où

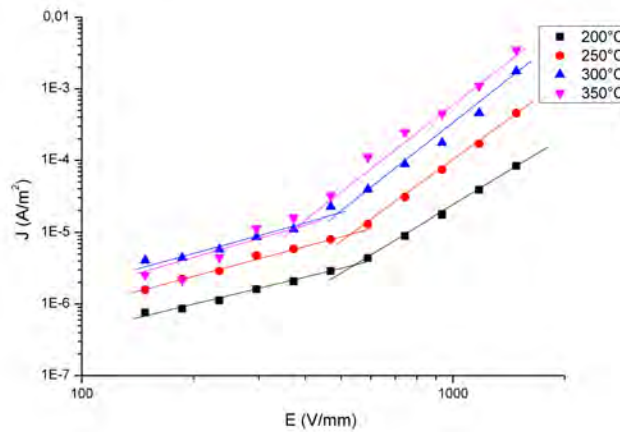


FIGURE II.21 – Caractéristiques (Log J -Log E) en fonction de la température sur Al_2O_3 .

Température	Pente Zone 1	Pente Zone 2
200°C	1.20	3.19
250°C	1.47	3.82
300°C	1.16	4.01
350°C	1.23	3.82

TABLE II.2 – Valeur des pentes obtenues en fonction de la température

les pièges sont distribués uniformément en énergie au dessous de la bande de conduction, le courant limité par charge d'espace augmente exponentiellement avec la tension comparé à la loi quadratique obtenue avec les modèles sans pièges ou avec des pièges peu profonds. Si la distribution uniforme est remplacée par une distribution décroissante avec la distance par rapport à la bande de conduction alors on peut obtenir des fonctions de puissances élevées. Il est même possible de remonter à la distribution en énergie de ces pièges grâce à ces pentes. Cela pourrait donc expliquer nos résultats.

Le nitrure d'aluminium

Bien que le protocole utilisé soit le même que pour l'alumine, il ne sera présenté ici que les courbes $I(V)$ à 200°C et 250°C à fort champ car le courant mesuré à plus haute température dépasse la valeur maximale mesurable par l'électromètre à savoir 21 mA. Afin d'avoir tout de même des données pour ces températures, il a été nécessaire de diminuer la tension appliquée. Ainsi pour les hautes températures, la tension appliquée sera comprise entre 10 et 100V. Pour ces valeurs de tension, le phénomène de charge d'espace n'est pas observable et seule la région ohmique est visible. C'est pourquoi ces courbes ne seront pas montrées ici. La figure II.22 montre un exemple d'une courbe $I(t)$ obtenue avec l'AlN avec une échelle linéaire puis logarithmique en temporel. On peut voir sur la figure II.23 apparaitre un phénomène nouveau à fort champ

à savoir une remontée du courant aux temps longs.

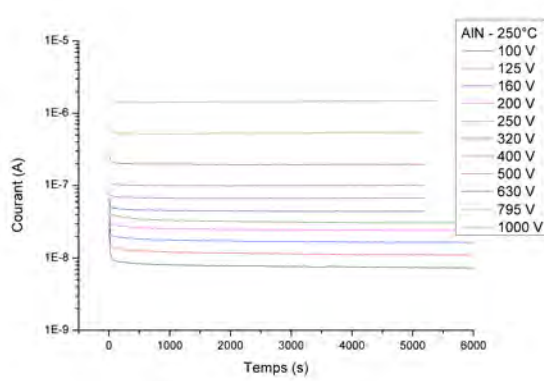


FIGURE II.22 – Courbe $I(t)$ de l'AlN à 250°C

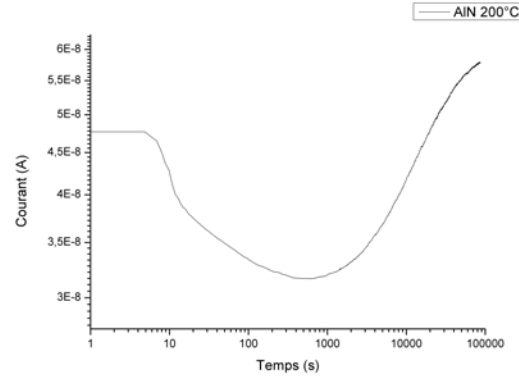


FIGURE II.23 – Courbe $I(t)$ en échelle logarithmique de l'AlN à 200°C et 1000V

Cette remontée du courant a déjà été observée par plusieurs auteurs [Neuhaus and Senturia, 1988, Pelissou et al., 1988, Malec et al., 1998], il s'agit d'un pic de courant révélant la présence d'un mécanisme limité par charge d'espace (le courant atteint ensuite un maximum puis diminue). Il est donc possible à partir de la présence de ce simple pic d'avoir une forte présomption quant aux mécanismes mis en jeu. Ce pic est très dépendant de la mobilité des porteurs de charges et dépend donc du champ appliqué et de la température. La valeur du courant de conduction ne devrait être prise qu'à temps long lorsque le courant "rechute" et se stabilise mais ce phénomène est un phénomène très lent (voir figure II.23). Il a donc été décidé de considérer la valeur du courant juste avant la remontée comme courant de conduction.

Une étude à basse température a déjà été réalisée par Breit et al. [2001] et elle a montré que le seul mécanisme de conduction possible sur le nitrure d'aluminium était un courant limité par charge d'espace (SCLC) (voir figure II.24). Cet auteur a également mis en évidence la présence de ce pic dans certaines conditions de champ et de température.

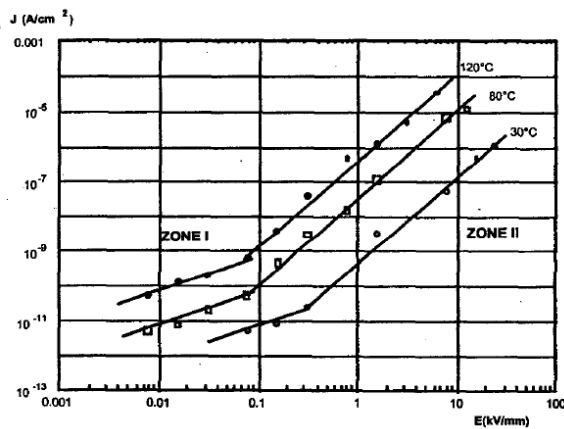


FIGURE II.24 – Courbe $J(E)$ de l'AlN en échelle logarithmique [Breit et al., 2001]

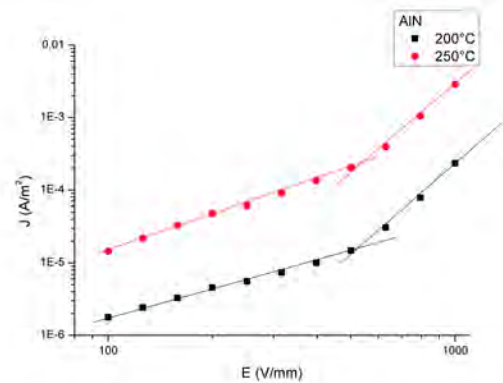


FIGURE II.25 – Courbe $J(E)$ en échelle logarithmique de l'AlN à 200°C et 250°C

La figure II.25 montre donc les résultats à 200 et 250°C sur l'AlN du phénomène de courant limité par charge d'espace. Comme pour l'alumine, deux régions sont visibles, une première qui semble être ohmique avec des pentes proches de 1 (respectivement 1,23 et 1,57) et une seconde pour laquelle une pente beaucoup plus grande que la théorie classique du SCLC est obtenue (de 4 et 4,3 pour 200 et 250°C).

Le nitrure de silicium

Concernant le nitrure de silicium, aucune étude n'a pu être trouvée dans la littérature concernant le courant de conduction ce qui aurait pu nous permettre d'éliminer certains des phénomènes précédents. Les courbes $I(t)$ (voir figure II.26) ne montrent pas de signe de charge d'espace. Il va donc être nécessaire, après avoir extrait chaque courant de conduction, de tester les différents tracés permettant d'identifier les mécanismes précédemment décrits.

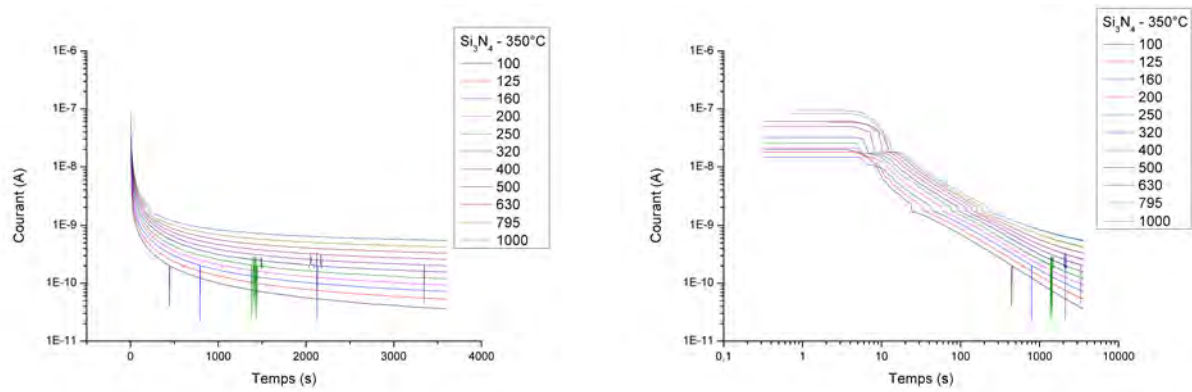


FIGURE II.26 – Courbe $I(t)$ en échelle linéaire et logarithmique du Si_3N_4 pour diverses températures

La figure II.27 montre les courbes obtenues dans l'hypothèse où le Si_3N_4 obéirait à un mécanisme de Schottky ou de Poole-Frenkel. Il est toutefois difficile de se prononcer pour les faibles températures pour lesquelles un comportement quasi-linéaire est observé.

Pour pouvoir confirmer ou rejeter ces deux mécanismes, il est nécessaire d'extraire des valeurs des pentes et des ordonnées à l'origine, à partir des équations décrites précédemment, la hauteur de barrière ainsi que la permittivité relative.

Les valeurs obtenues sont résumées dans le tableau II.3

Température	Pente	Intercept	$\epsilon_r(\text{Schottky})$	$\epsilon_r(\text{Poole} - \text{Frenkel})$	Φ_0 (J)	Φ_0 (eV)
200°C	0,002	-20,9	0,3	0,4	2,1e-19	1,3
250°C	0,002	-19,7	0,2	0,3	2,3e-19	1,4
300°C	0,002	-18,9	0,1	0,3	2,4e-19	1,5
350°C	0,003	-18,7	0,1	0,1	2,6e-19	1,6

TABLE II.3 – Résumé des valeurs de pentes et d'ordonnées à l'origine

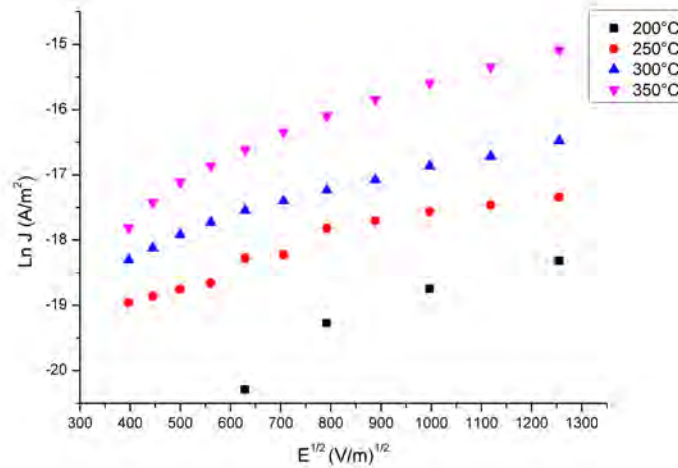


FIGURE II.27 – Caractéristiques ($\ln J - E^{1/2}$) en fonction de la température sur Si_3N_4 .

Compte tenu des valeurs de permittivité, il semble que le mécanisme de Schottky ou de Poole-Frenkel n'interviennent pas dans la conduction de ce matériau.

L'un des autres mécanismes possible est le mécanisme de Fowler-Nordheim. La figure II.28 correspond au tracé suivant le mécanisme de Fowler-Nordheim.

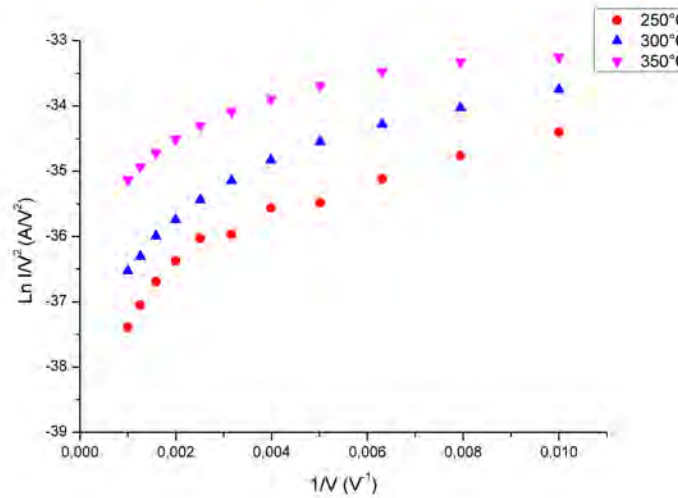
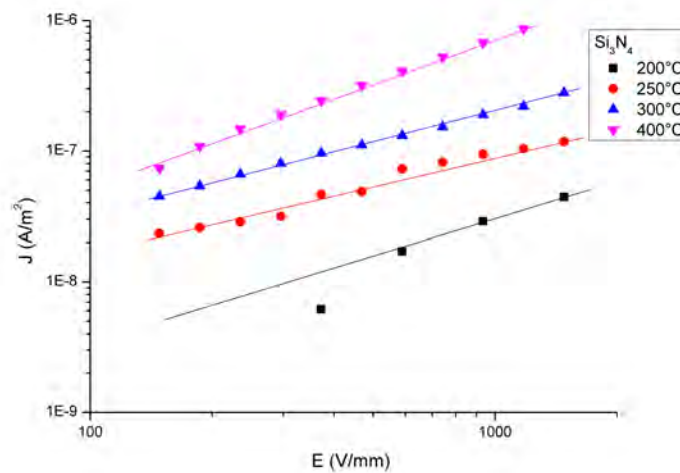


FIGURE II.28 – Caractéristiques ($\ln I/V^2 - 1/V$) en fonction de la température sur Si_3N_4 .

Il est clair au vu de l'allure des courbes qu'il ne s'agit pas non plus de ce mécanisme. Le dernier mécanisme à tester est le SCLC. Comme pour les deux céramiques précédentes, le graphique $\log J - \log E$ a été tracé sur la figure II.29.

Contrairement aux autres céramiques, une seule droite est visible avec des pentes allant de 0,7 à 1,2. Ce mécanisme est donc bel et bien un mécanisme de conduction de type ohmique sur toute la gamme de température et de champ étudiée.

FIGURE II.29 – Courbe $J(E)$ en échelle logarithmique du Si_3N_4 pour différentes températures

II.5 Conclusion sur les substrats en haute température

Dans ce chapitre, une étude des propriétés diélectriques des céramiques en haute température a été effectuée conduisant à l'observation de deux comportements différents en fonction des matériaux. Les mesures de potentiel de surface montrent en effet que l' Al_2O_3 et l' AlN ont un comportement analogue à savoir une disparition très rapide des charges en surface aux températures élevées.

La spectroscopie d'impédance sur ces matériaux a permis de montrer un changement de comportement de l'Alumine et du nitrure d'aluminium passant d'un comportement capacitif à un comportement résistif lors d'une montée en température à basse fréquence. Les caractéristiques courant-tension ont pu montrer que sous fort champ, ces céramiques présentaient une conduction liée au volume et plus particulièrement un courant lié aux charges d'espace.

L'autre céramique à savoir le nitrure de silicium a quant à elle un comportement totalement différent. En effet aux hautes températures, une grande partie des charges reste à la surface de l'échantillon. La spectroscopie diélectrique montre un comportement toujours capacitif même en haute température. Enfin la mesure du courant a pu montrer que dans les mêmes gammes de champ, le Si_3N_4 n'avait qu'un comportement ohmique et non une conduction liée aux charges d'espace.

Il semble donc naturel d'attribuer la disparition observée des charges en surface des deux premières céramiques à un mécanisme de conduction géré par le volume en haute température et plutôt favorable à leur écoulement.

A l'inverse, pour le Si_3N_4 les charges restent en surface, le matériau demeurant un relativement bon diélectrique.

Dans la suite du chapitre, nous allons tâcher de voir si ces charges ont vraiment un rôle

déterminant sur le seuil d'apparition des décharges et surtout voir comment vont se comporter les gaz sous l'échauffement local de la zone inter-électrode.

Chapitre III. Etude de la phase gazeuse

Chapitre III

Etude de la phase gazeuse

Dans la partie précédente, nous avons étudié les différents types de matériaux céramiques déjà présents dans les packaging de puissance haute température. Nous allons maintenant nous intéresser aux différents gaz susceptibles d'être utilisés pour l'encapsulation et l'isolation des futurs modules afin d'étudier l'influence d'une part de la température et d'autre part de la présence d'un matériau céramique sur leurs propriétés. Dans la première partie, le dispositif expérimental sera présenté. Dans la seconde partie, les résultats de l'échauffement local du substrat céramique sur le seuil d'apparition des décharges des différents gaz choisis, qui est la propriété que nous avons choisi de suivre, seront analysés. Enfin, la dernière partie sera consacrée à l'étude de la différence entre les seuils obtenus lors d'un échauffement local et ceux associés à un échauffement global du gaz.

III.1 Dispositif expérimental

Afin de concevoir un dispositif expérimental adapté à notre besoin, il est tout d'abord primordial de bien fixer son cahier des charges et ses limites d'utilisation.

III.1.1 Cahier des charges du dispositif expérimental

Le but de nos expériences est d'étudier l'effet de l'échauffement local d'un gaz, injecté à la pression atmosphérique, sur la tension d'apparition des décharges ainsi que l'effet de la présence d'un substrat isolant placé dans l'espace inter-électrodes sur cette tension.

La température doit donc être contrôlée et variable de la température ambiante jusqu'à 350-400°C. L'échauffement étant dans un premier temps local, cela signifie qu'un système situé à l'intérieur de l'enceinte doit permettre de l'effectuer.

En ce qui concerne les gaz, un vide primaire associé à un procédé permettant la purge est nécessaire pour injecter le gaz pur.

Par ailleurs, la pression maximale que doit supporter l'enceinte n'est engendrée que par l'élévation de température. En considérant le gaz comme parfait et en prenant l'hypothèse la

plus critique où tout le gaz serait porté à une température T_2 (hypothèse très contraignante dans le cas d'un chauffage local), la relation liant la température et la pression est simplement :

$$\frac{T_1}{p_1} = \frac{T_2}{p_2}$$

En prenant $T_1 = 298\text{K}$, $p_1 = 1 \text{ bar}$ et $T_2 = 673\text{K}$, la pression maximale atteinte en théorie dans l'enceinte serait de 2,25 bar, qui n'est pas une pression trop importante. Toutefois, comme on le montrera par la suite, le chauffage localisé d'une partie du gaz ne va pas être suffisant pour élever la pression au-delà de 1,5 bar. Tous les éléments de l'enceinte seront cependant prévus pour supporter une pression maximale de 2,25 bar. Ceci nous permettra de comparer les résultats obtenus dans cette configuration de chauffage local à ceux obtenus lors d'un chauffage global qui seront présentés dans la dernière partie.

Les tests seront effectués sous tension alternative 50Hz comprise entre 0V et 15000 V en valeur crête.

Après analyse du cahier des charges, plusieurs solutions ont été envisagées. Il a été décidé de partir d'un bâti déjà existant commercialement et adaptable.

Notre dispositif expérimental peut se diviser en quatre grandes parties réunies autour de l'enceinte principale à savoir, une partie "pompage et injection de gaz", une partie "haute-tension", une partie "détection des décharges" et une partie "chauffage et connexion interne".

III.1.2 La croix 6 axes

Le bâti est une croix 6 axes en Acier Inox 316LN disponible chez MDC Caburn. Chaque sortie est en DN100CF dont l'étanchéité est assurée par écrasement d'un joint métallique sur une portée de joint. Cette technologie permet de supporter une température de 450°C tout en maintenant l'étanchéité au vide. Etant au départ prévu pour supporter de l'ultravide, ce dispositif a dû subir quelques modifications afin d'autoriser les surpressions envisagées. C'est pourquoi les soudures ont été renforcées et des renforts au niveau des arêtes ont été ajoutés (voir figure III.1).

Initialement les joints étaient en cuivre argenté pour pouvoir tenir des températures supérieures à 350°C mais suite aux mesures des températures au niveau des brides lors de l'échauffement local du dispositif à 400°C, des joints traditionnels en cuivre ont pu être utilisés.

III.1.3 Pompage et système d'injection

Le pompage est nécessaire afin d'assurer un contrôle optimal de l'environnement sous test. Pour ce faire une pompe primaire (à palettes) assure un vide limite de $3,0 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$ (voir

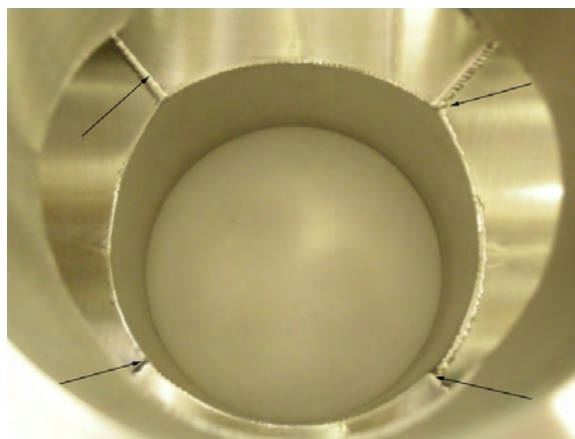
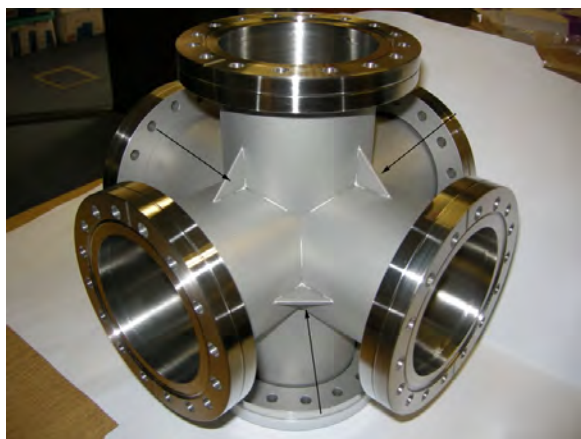


FIGURE III.1 – Renforcement de la croix

figure III.2). Une jauge à cathode froide et son afficheur sont utilisés pour mesurer la pression dans le réacteur. Une vanne quart-de-tour permet d'isoler l'enceinte de la partie pompage.



FIGURE III.2 – Pompe primaire et jauge à cathode froide

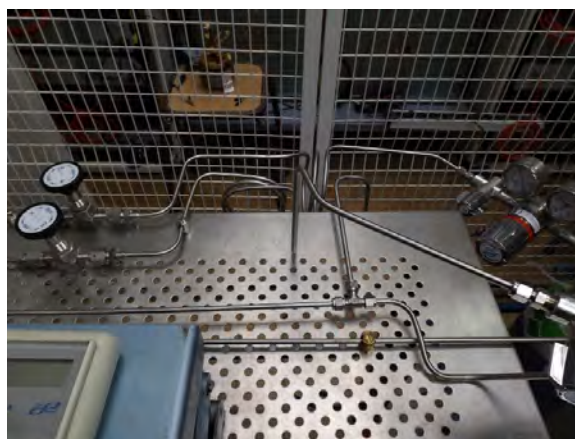


FIGURE III.3 – Détendeur et vanne de réglage

La partie injection de gaz est composée de trois lignes de gaz différentes (figure III.3). Chaque ligne correspond à un gaz spécifique (N_2 , C_3F_8 et $c-C_4F_8$). Elles sont constituées d'un détendeur, d'une vanne de réglage et de fermeture. La pression est contrôlée à l'aide d'un manomètre placé au niveau de l'enceinte et pouvant être isolé si le besoin s'en fait sentir (en cas de gaz corrosif ou autre). Il s'agit d'un manomètre à aiguille permettant de mesurer des pressions de 0 à 3 bar avec une précision de 0,1 bar.

Une soupape de sécurité est présente sur chaque détendeur et de plus une autre soupape tarée à 2,25 bar a été mise en place au niveau de l'enceinte (figure III.4). Une ligne d'évacuation de 1/2 pouces est utilisée afin que les gaz fluorocarbonés et leurs éventuels produits de décomposition ne soient pas pompés par la pompe primaire mais poussés vers l'extérieur à l'aide d'un gaz neutre (N_2).

Par mesure de sécurité, toutes les soupapes, lignes d'évacuation et extractions de la pompe sont acheminées via un tuyau vers l'extérieur du bâtiment (figure III.5).

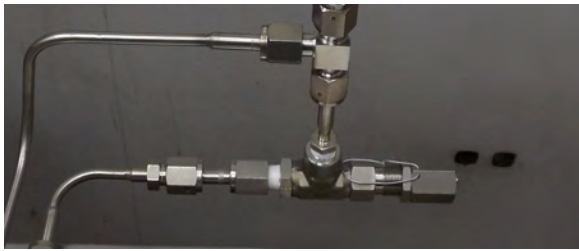


FIGURE III.4 – Soupape de sécurité



FIGURE III.5 – Ligne d'évacuation des gaz

Les vannes utilisées sont des vannes à soufflet inox, soudées avec une tige à embout sphérique permettant la régulation et la fermeture. Ces vannes peuvent supporter des températures élevées (400°C).

III.1.4 Connexion haute-tension

Pour amener la haute-tension à l'intérieur de l'enceinte, il est nécessaire d'utiliser un passage haute-tension sous vide capable de tenir jusqu'à 20kV DC (voir figure III.6). La haute-tension est une tension alternative de 50Hz générée par un transformateur 20kV et pilotée via deux autotransformateurs placés en série. Un câble haute tension est utilisé pour réaliser la connexion du transformateur au passage haute tension.



FIGURE III.6 – Passage sous vide haute-tension

L'utilisation des deux autotransformateurs permet un réglage fin de la tension pour une détermination plus précise des seuils d'apparition des décharges.

III.1.5 Détection des DP

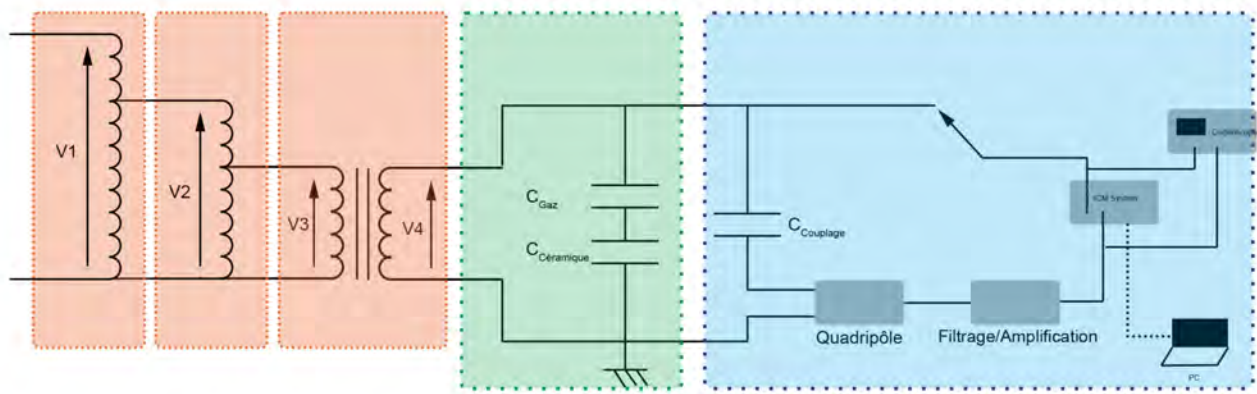
Afin de mesurer le seuil d'apparition des décharges, plusieurs techniques existent qu'elles soient électriques, acoustiques, optiques ou autres. Celle utilisée ici est la technique la plus classique de détection à savoir la technique électrique via l'utilisation d'une unité d'acquisition ICM System de chez Power Diagnostix (figure III.7).

Cette unité d'acquisition se compose de plusieurs modules permettant la détection, l'acquisition et l'analyse des décharges obtenues. Son principe repose sur l'utilisation d'un quadripôle permettant de mesurer l'intensité des décharges par le biais d'une capacité de couplage placée en parallèle de l'objet sous test. Ce quadripôle peut être placé après l'objet à tester ou après la capacité de couplage. Enfin un filtre et un amplificateur sont utilisés pour traiter le signal. Le tout est piloté par un ordinateur via une carte d'acquisition GPIB afin de pouvoir observer l'évolution des décharges durant les différentes phases de la tension alternative.

Pour mesurer la tension, une sonde de tension Tektronik P6015A est utilisée. Celle-ci peut mesurer des tensions jusqu'à 20kV pour des fréquences allant du DC à 75MHz. Un oscilloscope Tektronik TDS 3054B permet l'observation directe de la tension et des décharges.



a)



Transformateur + Autotransformateur

Objet sous Test

Détection des décharges Partielles

b)

FIGURE III.7 – Banc de détection des décharges partielles a) Photographie et b) Schéma électrique équivalent

III.1.6 Connexions internes

Le chauffage local à l'intérieur de l'enceinte est effectué à l'aide de 4 cartouches chauffantes haute charge de Acim Jouanim de 6,35mm de diamètre, 50mm de long et une puissance de 300W chacune ($23W.cm^2$). Ces cartouches sont insérées dans un bloc de chauffe qui sert également de porte-échantillon. Ce bloc d'aluminium de 60x60x40mm est positionné sur un support usiné au laboratoire (voir figure III.8). Il est constitué du bloc de chauffe et d'une potence permettant l'amenée de la haute-tension.

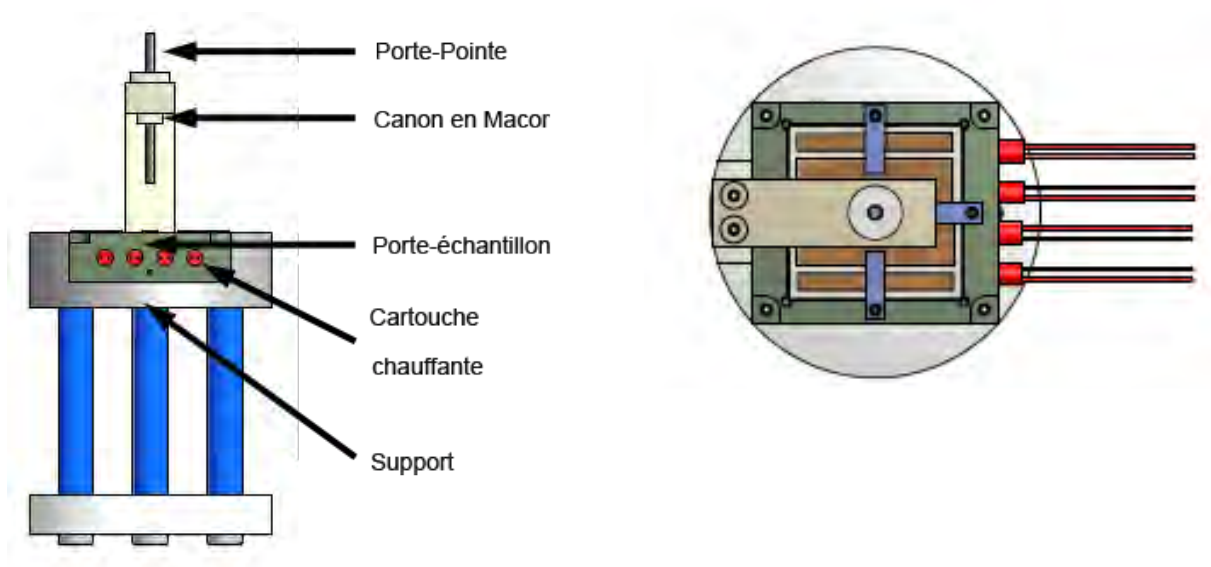


FIGURE III.8 – Vue de face et de dessus du porte-échantillon

La potence est constituée d'un bras en aluminium possédant une ouverture permettant d'enchâsser un canon en Macor assurant l'isolation entre le bras et l'intérieur du canon dans lequel sera placé un porte-pointe. Le porte-pointe est en laiton (voir figure III.9) et permet d'appliquer la haute-tension provenant du passage haute-tension situé dans la partie supérieure de l'enceinte jusqu'à une pointe en tungstène de rayon de courbure de $500\ \mu m$. Une bague permet de fixer la distance entre la pointe et le substrat (voir figure III.10).

Les cartouches sont pilotées et alimentées par un régulateur Eurotherm 2216e et un relais statique. Une Pt100 à film mince placée sur le bloc de chauffe va permettre le contrôle de la température.

Le régulateur est un régulateur de type PID dont chacune des composantes a été calculée de manière automatique via la fonction "autotune" de l'Eurotherm. Ainsi une fois la consigne fixée le régulateur choisit automatiquement les paramètres adéquats (voir figure III.11). L'"autotune" a été réalisé pour une température de $200^{\circ}C$ afin que pour des valeurs plus hautes, il y ait un minimum de dépassement.



FIGURE III.9 – Photographie de l'ensemble pointe, porte-pointe et canon en Macor

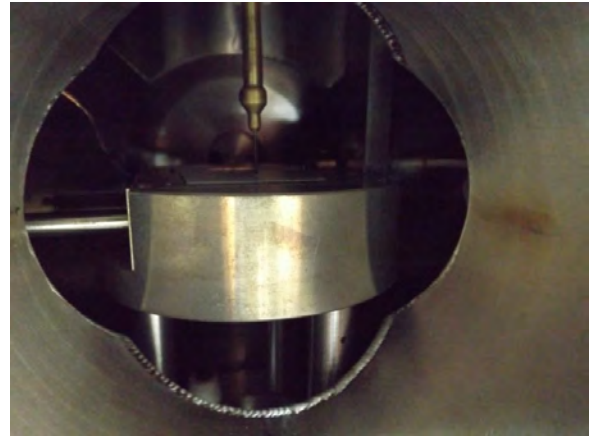


FIGURE III.10 – Vue du dispositif à l'intérieur de l'enceinte

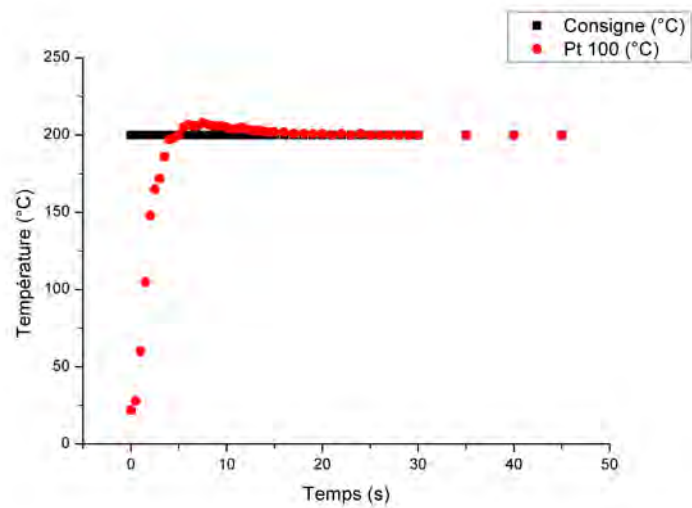


FIGURE III.11 – Régulation de la température en fonction de la consigne de l'Eurotherm

III.2 Expériences sur les DBC Al_2O_3

III.2.1 Procédure expérimentale

Durant cette première campagne de mesures, les échantillons réalisés par nos soins sont des substrats DBC Al_2O_3 de 43x43mm. L'épaisseur de cuivre, ainsi que celle de l'alumine est de 300 μm . Une bande de cuivre de 3mm a été retirée sur les bords et de chaque côté du DBC (voir figure III.12). Il s'agira donc d'étudier la tension de contournement du DBC en fonction de l'échauffement localisé de la céramique.

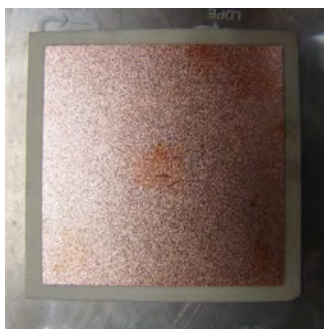


FIGURE III.12 – Photographie du DBC après découpe

Le procédé de réalisation de ces DBC est décrit dans l'annexe A

L'échantillon est ensuite placé dans le porte-échantillon et la pointe vient au contact de la face supérieure du DBC. La face supérieure du DBC est donc reliée à la haute-tension alors que la partie inférieure est reliée à la masse via le bloc de chauffe. L'enceinte est refermée et le pompage est effectué. Une fois le vide limite atteint, l'enceinte étant considérée étanche et sans fuite, la vanne de pompage peut être refermée. La bouteille de gaz choisie (ici N_2) est alors ouverte, puis la vanne de fermeture du détendeur et enfin la vanne de réglage permettant d'injecter 1 bar de gaz dans l'enceinte. Un nouveau cycle de pompage/injection est alors réalisé afin de purger au maximum l'enceinte. Toutes les vannes étant maintenant fermées, l'opération de chauffage peut commencer. Une fois que la consigne en température est atteinte et que la température est stabilisée, la détection du seuil d'apparition des décharges peut être réalisée en augmentant la tension jusqu'à visualisation de décharges à l'oscilloscope. Après avoir noté la valeur du seuil, on réalise une acquisition de la signature PRPD (Phase Resolved Partial Discharge) de la décharge via l'unité d'acquisition ICM system et d'un ordinateur le contrôlant par GPIB. La tension est ensuite abaissée puis un nouveau test est réalisé. Au total, 6 mesures de seuil sont réalisées par température. Une fois les tests terminés, le chauffage est arrêté. Il est alors possible, une fois la température ambiante atteinte, de pomper le gaz, d'ouvrir l'enceinte et de changer ou de nettoyer l'échantillon. Le nettoyage du DBC se fait par attaque à l'acide sulfurique 2% pendant 2 min puis rinçage à l'eau désionisée puis à l'éthanol et enfin séchage par jet d'azote.

III.2.2 Résultats

Ce paragraphe contient les premiers résultats obtenus sur les mesures de tension de contournement du DBC. Après avoir observé la grande dispersion que présentaient ces résultats, une série de tests complémentaires a été réalisé afin de déterminer quelle pourrait être la cause de cette dispersion.

La figure III.13 retrace donc ici de manière chronologique les différentes expériences clés ainsi que les diverses hypothèses expliquant cette dispersion sur 2 échantillons DBC Al_2O_3 à 25°C sous N_2 .

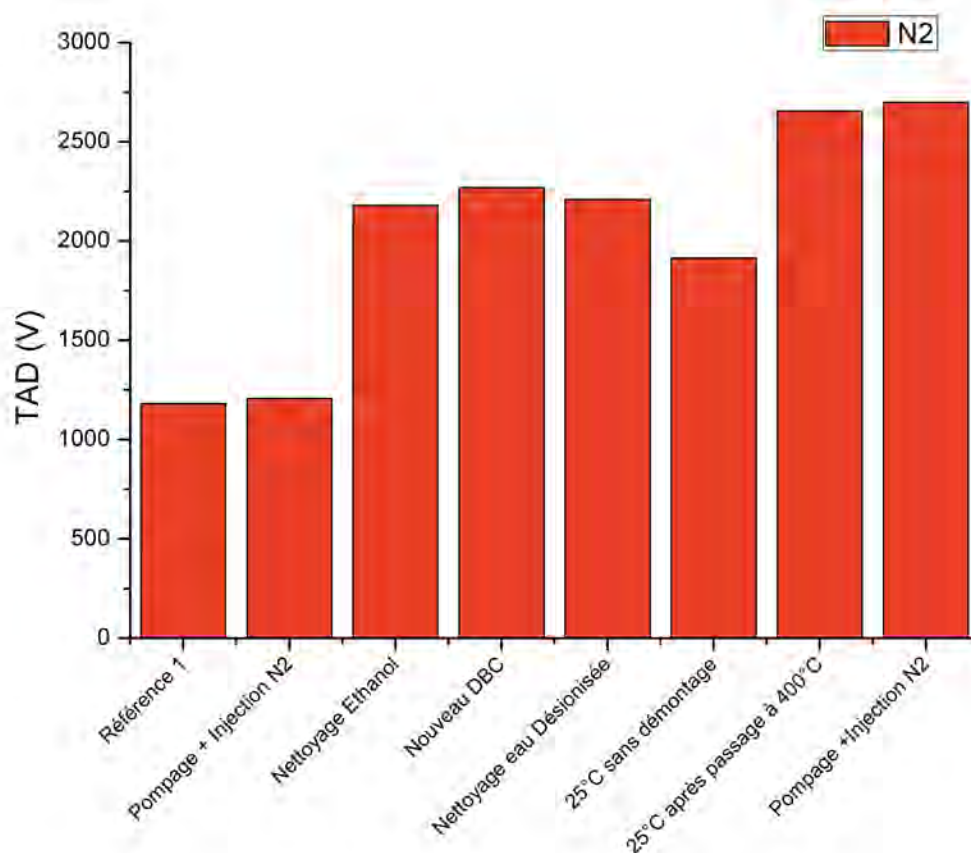


FIGURE III.13 – Reproductibilité des seuils d'apparition des décharges sur les DBC Alumine dans l'azote à température ambiante.

La référence 1 correspond aux premiers tests réalisés sur le premier DBC Al_2O_3 .

Le deuxième test sert à vérifier l'impact d'une détermination du seuil en haute température sur le DBC.

Après une série de mesures en température (de 25°C à 150°C), et en ayant pris soin d'ouvrir l'enceinte et de nettoyer l'échantillon à chaque fois, un test a été réalisé à 25°C en injectant du N_2 pur. Le résultat montre qu'une valeur de seuil équivalente à la précédente est obtenue ce qui semble très encourageant du point de vue de la reproductibilité.

D'autres mesures de seuil ont alors été réalisées à 250°C et 350°C et un autre test a été

mené sur ce même DBC à 25°C après nettoyage et injection d'azote pur. Contrairement au cas précédent le seuil est quasiment deux fois plus important que celui mesuré lors des deux premières mesures. Un effet de la température sur l'échantillon est clairement observée. En effet le gaz étant remplacé à chaque expérience, il ne peut être incriminé.

L'échantillon DBC est donc remplacé par un autre échantillon du même type. La valeur du seuil à 25°C est équivalente au dernier résultat obtenu à savoir un seuil deux fois plus élevé que la référence 1 ce qui nous conduit à penser que les résultats de la référence 1 sont erronés. D'autres tests ont été réalisés sur ce nouvel échantillon DBC pour infirmer ou confirmer nos hypothèses.

Ainsi, le nettoyage à l'eau désionisée puis à l'éthanol à la place de l'attaque acide sert à vérifier que l'acide sulfurique ne joue pas un rôle dans les variations observées (via une érosion d'une partie du cuivre par exemple). Il s'avère que le seuil observé est le même. Il n'y a donc pas d'effet de l'acide sur le substrat au moins en ce qui concerne le seuil.

L'évolution du seuil après que l'échantillon ait été porté à 300°C permet de mettre en évidence l'impact soit de la température soit des décharges électriques. Dans d'autres tests effectués à des températures plus faibles, il est possible d'apercevoir une très légère diminution du seuil ce qui tendrait à confirmer cette hypothèse. Toutefois deux autres montées à 350°C et 400°C ont été réalisées et après refroidissement et injection de N₂ pur il s'avère que l'effet inverse est observé c'est à dire une augmentation du seuil de 500V environ. D'autres tests ont permis de confirmer cette valeur.

L'hypothèse la plus vraisemblable de l'ensemble de ces résultats, qui sont globalement disparates, est que le procédé utilisé pour la réalisation des DBCs conduit à laisser des "résidus" en surface du matériau. Ainsi lors des premières décharges, c'est par ces "résidus" que la décharge est initialement amorcée. Une fois détruits, la décharge "réelle" (celle que nous souhaitons étudier) apparaît à une tension beaucoup plus élevée. Pour confirmer cette hypothèse, une expérience a été réalisée, en se positionnant à 1,2 fois la tension de seuil obtenue et en la laissant appliquée durant 2h. Le test n'a révélé aucune variation du seuil et même les tests suivants ont montré des seuils tantôt plus faibles tantôt plus élevés. Il s'agirait donc d'un phénomène beaucoup plus complexe que la simple présence de résidus en surface du DBC après "nettoyage".

La visualisation au microscope électronique après une série de décharges (voir figure III.14) montre qu'à chaque décharge, le DBC subit des modifications à sa surface notamment dans les angles de l'alumine avec l'apparition de traces noires vraisemblablement des chemins conducteurs créés par la décharge mais également au niveau du cuivre avec l'érosion de ce dernier. Ces "chemins" pourraient avoir tendance à faire diminuer le seuil s'ils sont conducteurs alors que l'érosion ferait augmenter le champ tout en faisant varier la distance inter-électrodes ou en éliminant le point faible à partir de laquelle la décharge s'est amorcée.

Cette non-maitrise des échantillons rend l'étude des mécanismes de la décharge très (voire trop) complexe, d'autant plus qu'ils proviennent vraisemblablement du procédé de fabrication (plus précisément de l'attaque du cuivre par le perchlorure de fer qui éliminerait le cuivre à la

surface de l'alumine mais qui n'arriverait pas à éliminer les premières liaisons cuivre-alumine qui se sont formées lors de la fabrication du DBC). Pour preuve l'alumine n'est pas totalement blanche en sortie du process, elle est d'une couleur jaunâtre. Ce dépôt pourrait venir perturber les mesures en créant des zones préférentielles de décharges à la surface de l'alumine.

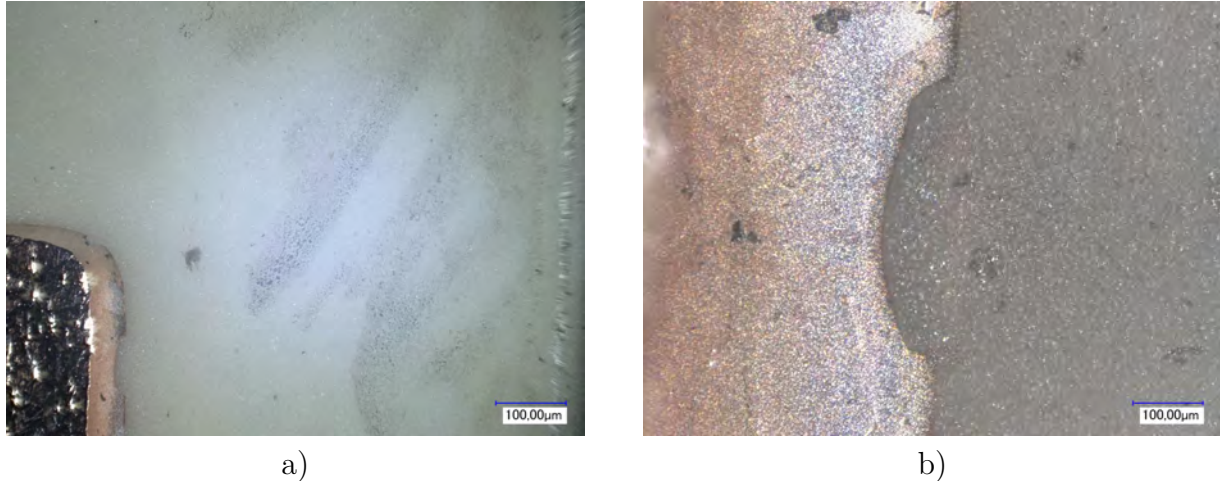


FIGURE III.14 – Photographies de DBC après décharges a) Présence de "canaux" sur l'alumine b) Erosion de l'électrode de cuivre.

Comme il semble extrêmement difficile d'obtenir des résultats reproductibles avec ces échantillons, la solution est de passer à une configuration qui, si elle est plus simple est toutefois plus éloignée de notre application. Il s'agit d'une configuration pointe-plan dans laquelle la céramique sera posée sur le plan et chauffée. C'est ainsi le comportement d'une décharge en température qui sera étudiée.

III.3 Expérience de chauffage local des substrats céramiques en configuration pointe-plan

III.3.1 Test en température

Dans cette configuration, la température varie avec la position dans l'enceinte. Il est donc nécessaire avant de commencer les expériences de décharges dans les gaz, d'effectuer un étalonnage et une mesure des températures en divers points clés de l'enceinte (voir figure III.15). L'échantillon est un substrat d'alumine de $675 \mu m$ et de dimension $40 \times 40 mm$. La distance entre la pointe en tungstène et le substrat est fixée pour l'instant à $1 mm$ au moyen d'une cale étalon.

Un thermocouple de type K a donc été étalonné au laboratoire et sera donc notre référence pour nos différentes mesures.

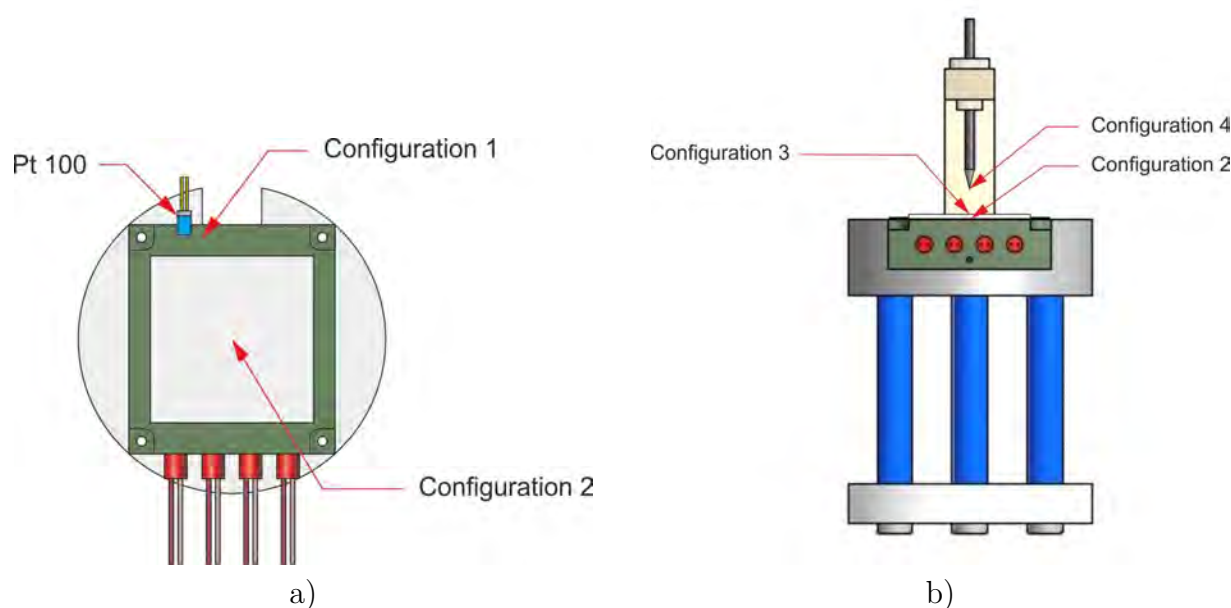


FIGURE III.15 – Schéma du porte-échantillon en a) vue de dessus pour visualisation des configurations 1 et 2 et en b) Vue de face pour visualisation des configurations 3 et 4.

Configuration N°1 : Thermocouple au niveau de la Pt100.

Dans un premier temps, les valeurs données par la Pt100 utilisée dans la régulation de l'enceinte sont vérifiées.

Les résultats présentés dans le tableau III.1 montrent un bon étalonnage de cette Pt100.

Température Pt100	Température Thermocouple type K (Référence)
23,6°C	24°C
100°C	99,6°C
150°C	150,14°C
200°C	200,4°C
250°C	250,6°C
300°C	300,5°C

TABLE III.1 – Tableau de comparaison entre température de la Pt100 et du thermocouple type K dans l'azote

Configuration N°2 : Thermocouple au centre du porte-échantillon.

La Pt100 étant positionnée sur le côté du porte-échantillon, il est intéressant de voir si la température mesurée au centre est très différente de celle de la valeur mesurée. La Pt100 et le thermocouple étant plongés dans le gaz, il se peut que celui-ci intervienne lors de la lecture de la température (tableau III.2).

Très peu de différence existent entre les températures mesurées sur le côté et celles mesurées

Température Pt100	N ₂	C ₃ F ₈	c-C ₄ F ₈
29°C	-	-	26,9°C
47°C	-	46,4°C	-
58°C	57,1°C	-	-
200°C	204°C	199,3°C	197,5°C
300°C	307,3°C	303,5°C	303,7°C

TABLE III.2 – Tableau de comparaison entre température indiquée par la Pt100 à celle obtenue à l'aide du thermocouple type K dans les 3 gaz pour la configuration N°2

au centre du porte-échantillon même si celles du centre sont toujours plus élevées que celles sur les côtés, ce qui compte tenu de l'emplacement des cartouches utilisées n'est pas surprenant. L'effet du gaz bien qu'apparaissant ici de manière peu significative, avec toutefois une température plus importante dans l'azote que dans les gaz fluorocarbonés, sera mieux observé dans ce qui suit.

Configuration N°3 : Thermocouple sur l'échantillon.

Dans cette configuration, le substrat d'alumine est positionné sur le porte-échantillon et la température à sa surface est mesurée. Le tableau III.3 montre les températures obtenues.

Température Pt100	N ₂	C ₃ F ₈	c-C ₄ F ₈
20°C	-	-	18,3°C
53°C	50,8°C	-	-
78°C	-	78,8°C	-
200°C	197,7°C	190,6°C	190,5°C
300°C	301,4°C	288,1°C	289,1°C

TABLE III.3 – Tableau de comparaison entre température de la Pt100 et du thermocouple type K dans les 3 gaz pour la configuration N°3

La température en surface du substrat est quasiment la même que celle du porte-échantillon dans le cas de l'azote et peut être plus faible de 10°C dans les gaz fluorocarbonés pour une consigne de 300°C.

Dans ce cas précis, la température mesurée n'est pas uniquement celle du substrat mais également celle du gaz à proximité du substrat. En fonction du gaz et de ses propriétés, la température observée peut donc être différente.

Configuration N°4 : Température à proximité de la pointe

Le thermocouple est maintenant placé au voisinage de la pointe (soit à 1mm au dessus du substrat). Le tableau III.4 montre les températures obtenues pour chaque type de gaz après

que la phase de thermalisation ait été atteinte.

Température Pt100	N ₂	C ₃ F ₈
44°C	41,5	-
73°C	-	60,6
200°C	167,4°C	135,8°C
300°C	252,3°C	202,3°C

TABLE III.4 – Tableau de comparaison entre température de la Pt100 et du thermocouple type K dans 2 gaz pour la configuration N°4

Ainsi, en 1mm la température chute de 50°C dans le N₂ et d'environ 100°C dans le C₃F₈ lorsque le substrat est à 300°C.

Ce résultat montre l'influence des propriétés thermiques du gaz sur la valeur de la température mesurée. En effet l'azote et les gaz fluorocarbonés possèdent des propriétés thermiques très différentes résumées dans le tableau III.5.

Paramètres	N ₂	C ₃ F ₈	c-C ₄ F ₈
Masse Molaire (g/mol)	28,01	188,02	200,04
Température d'ébullition (°C)	-195,8	-36,7	-5,99
Densité	0,967	6,683	7,33
Chaleur Spécifique (Cp) (kJ/mol.K)	0,03	0,15	0,16
Conductivité Thermique (mW/m.K)	24,00	12,73	11,09

TABLE III.5 – Propriétés thermiques des gaz

On peut notamment observer que la chaleur spécifique de l'azote est 5 fois plus faible que celle des gaz fluorocarbonés, que sa densité est 6 fois plus faible mais qu'il possède une conductivité thermique 2 fois plus élevée et une température d'ébullition beaucoup plus faible.

Afin de mieux comprendre le comportement thermique à l'intérieur de l'enceinte, le système est simplifié au maximum et les équations thermiques associées sont posées. Nous allons donc considérer une plaque plane en convection naturelle avec des parois se trouvant à une distance suffisamment éloignée de l'objet.

En considérant que la puissance injectée dans les cartouches est la même quel que soit le gaz et que la même fraction de cette puissance est fournie au substrat, l'équation d'échange thermique au niveau du substrat est :

$$\Phi = \phi S = P_{Convection} + P_{Conduction} + P_{RayonnementGaz} + P_{RayonnementParois} \quad (\text{III.1})$$

On peut négliger la conduction des gaz au vu de leur très faible conductivité thermique. Le rayonnement du gaz peut lui aussi être négligé par rapport à la convection. Ainsi seuls la convection et le rayonnement des parois vont être pris en compte.

Les équations régissant ces deux phénomènes sont :

$$P_{Convection} = hS(T_{Objet} - T_{Gaz}) \quad (III.2)$$

et :

$$P_{RayonnementParois} = \epsilon_{Al_2O_3} \sigma_S S (T_{Obj}^4 - T_G^4) \quad (III.3)$$

S étant la surface d'échange entre l'alumine et le gaz, h le coefficient d'échange thermique en $W/(m^2.K)$, ϵ l'émissivité de l'alumine et σ_S la constante de Stefan qui vaut $5,67.10^{-8} W/(m^2.K^4)$. La température du gaz est la température prise à une distance considérée comme infinie du point de vue de l'objet

Si on considère que la convection est le processus prédominant du système, alors le facteur d'échange h va avoir un impact majeur sur la température de l'objet à mesurer. Ce facteur h dans le cas d'une plaque plane et en convection naturelle peut varier d'une puissance (entre 1/4 et 1/3) du nombre adimensionnel de Rayleigh qui est décrit par l'équation suivante :

$$Ra = \frac{g \cdot \beta}{\nu \cdot \alpha} (T_S - T_\infty) L_c^3 \quad (III.4)$$

g étant l'accélération de la pesanteur, β le coefficient de dilatation thermique volumétrique, ν la viscosité cinématique, α la diffusivité thermique, L_c une longueur caractéristique, T_S la température de la paroi et T_∞ la température du fluide loin des parois.

La viscosité cinématique ν est le rapport de la viscosité dynamique μ sur la masse volumique ρ .

$$\nu = \frac{\mu}{\rho} \quad (III.5)$$

En suivant ces équations si l'on passe d'un gaz de faible masse volumique comme l'azote à un gaz fluorocarboné ayant une masse volumique 6 fois plus importante, cela implique que la viscosité cinématique va diminuer. Le nombre de Rayleigh tout comme le facteur h vont donc être augmentés. La puissance délivrée par le générateur étant constante, la température de l'objet (que ce soit notre substrat ou la pointe à 1mm) doit donc être plus faible en passant de l'azote aux gaz fluorocarbonés ce qui est bel et bien le cas.

Il est important de noter que même si qualitativement les résultats sont corrects, quantitativement parlant il est difficile de se prononcer car le lieu de la mesure est situé en plein milieu de la couche limite.

La couche limite est une zone à proximité des parois dans laquelle les effets visqueux ne sont plus négligeables. En fonction de la viscosité, le profil de vitesse du fluide à proximité sera modifié et donc la température peut varier énormément à ce niveau. Il n'est donc pas étonnant d'observer une différence de 50°C entre la température obtenue dans l'azote et celle mesurée dans le C_3F_8 . Cependant la quantification expérimentale de cette différence est difficile vu qu'une mesure de température par contact à cet endroit est intrusive et va modifier l'écoulement à l'endroit de la mesure.

Avec un tel gradient de température, les mécanismes impliqués dans la décharge vont devenir assez complexes et l'interprétation des résultats sera soumise à de nombreuses hypothèses que nous essaierons par la suite de confirmer ou d'infirmer.

III.3.2 Résultats préliminaires sur Al_2O_3 à 1mm

Les températures choisies sont 25°C , 100°C , 150°C , 200°C , 250°C et 300°C . Le temps nécessaire à la montée et à la stabilisation en température est évalué à 40 minutes. Pour chaque température, la signature des décharges est relevée et 6 mesures de seuils sont réalisées. L'échantillon n'est pas remplacé entre chaque température mais uniquement après une séquence complète de mesures en température.

La figure III.16 montre l'évolution de la pression mesurée par notre manomètre en fonction de l'échauffement local de la température.

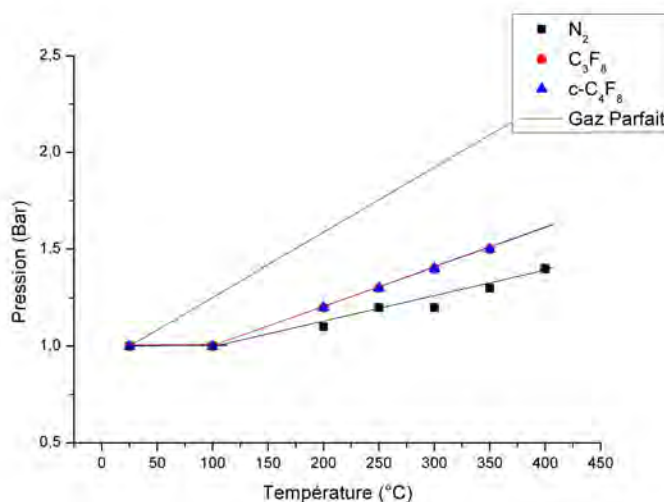


FIGURE III.16 – Evolution de la pression mesurée en un point de l'enceinte en fonction de l'échauffement local de température

On constate que la pression mesurée dans l'enceinte est nettement inférieure à la pression théorique que subirait un gaz parfait s'il était chauffé globalement à 400°C . On peut donc émettre une hypothèse sur les résultats possibles du seuil d'apparition des décharges. En effet le produit $p.d$ ne variant que très peu, la tension d'apparition des décharges ne devrait pas augmenter beaucoup dans la plage de température considérée.

La figure III.17 montre les valeurs du seuil d'apparition des décharges (TAD : tension d'apparition des décharges) obtenues pour les 3 gaz en fonction de la température. Il est à noter que quelle que soit la température, la détection est très difficile compte tenu du bruit présent au niveau de notre enceinte et que celle-ci est d'autant plus difficile que le seuil est faible (cas de l'azote) ou que la température augmente beaucoup ($T > 250^{\circ}\text{C}$). C'est pourquoi ne seront présentés ici que les résultats obtenus à des températures inférieures à 250°C .

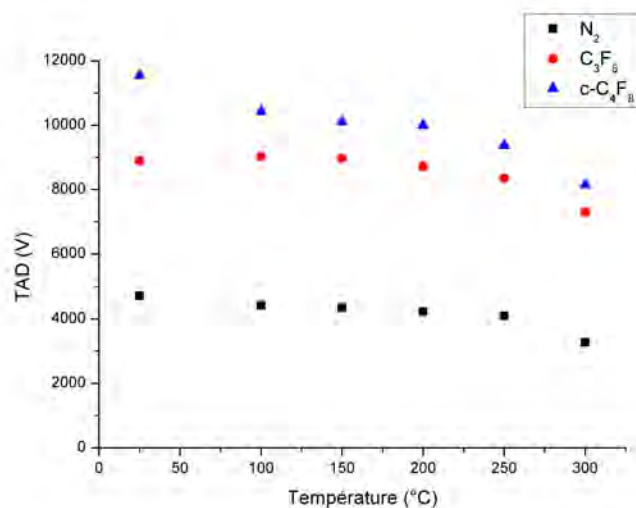


FIGURE III.17 – Evolution du seuil d'apparition des décharges en fonction de la température pour les 3 gaz en configuration pointe-plan Alumine ($g=1\text{mm}$)

D'après ce graphique, on constate que le seuil d'apparition des décharges pour les gaz fluorocarbonés est bien supérieur à celui de l'azote et ce quelle que soit la température. Ceci n'est pas surprenant, compte tenu des caractères électronégatifs des gaz choisis.

Ensuite et pour des températures inférieures à 200°C , le seuil d'apparition des décharges est constant. Ceci est relativement en accord avec nos prédictions compte tenu de la faible variation de pression. Au delà de 200°C et quel que soit le gaz, les seuils diminuent légèrement. Bien que complètement différents de nos prédictions, on peut toutefois émettre quelques hypothèses pour expliquer ce phénomène.

L'une des premières questions à se poser est de savoir si, le gaz en subissant des décharges, n'aurait pas subi des modifications irréversibles de ses propriétés (notamment en se décomposant) conduisant à des TAD plus faibles. Pour répondre à cette question, un test à 25°C a été réalisé après chaque cycle de montée en température. Aucune altération de cette valeur n'est observée ce qui exclut l'hypothèse de la modification des propriétés du gaz.

Une autre hypothèse concerne la céramique dont les propriétés varient avec la température. Ainsi la variation de permittivité conduit à une répartition différente de la tension aux bornes du gaz. La chute observée ne serait pas due à une diminution du seuil du gaz mais à une augmentation de la tension à ses "bornes". Afin de mieux expliquer ce phénomène, la configuration pointe-plan avec alumine est modélisée par deux capacités en série (Voir figure III.18).

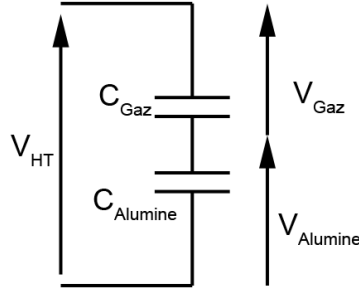


FIGURE III.18 – Schéma équivalent simplifié de la décharge pointe-plan Alumine.

Il va de soi que faire l'hypothèse d'un champ homogène en configuration pointe-plan est une très forte approximation. Elle ne sert toutefois qu'à apprécier de manière macroscopique l'influence des variations de permittivité de l'alumine sur la distribution de tension. Cette approche se veut donc purement qualitative.

Les réserves étant faites, le pont diviseur capacitif peut alors s'exprimer comme suit :

$$V_{Al_2O_3} = \frac{C_{Gaz}}{C_{Gaz} + C_{Al_2O_3}} V_{HT} \quad (III.6)$$

Et en prenant en compte les hypothèses précédentes, on obtient :

$$C_{Gaz} = \frac{\epsilon_0 \epsilon_{Gaz} S_{Gaz}}{d_{Gaz}} \quad (III.7)$$

et

$$C_{Al_2O_3} = \frac{\epsilon_0 \epsilon_{Al_2O_3} S_{Al_2O_3}}{d_{Al_2O_3}} \quad (III.8)$$

En considérant, la même surface pour les deux capacités et en considérant que $\epsilon_{Gaz} = 1$, $d_{Gaz} = 1mm$ et que $d_{Al_2O_3} = 675\mu m$, il est possible connaissant la variation de permittivité de l'alumine $\epsilon_{Al_2O_3}$ de connaître la tension appliquée à chacune des deux capacités quelle que soit la température.

Considérons l'évolution de la permittivité de l'alumine en fonction de la température pour une fréquence de 50Hz (Figure III.19). Cette courbe est issue des mesures de spectroscopie diélectrique réalisées sur l'alumine dans le chapitre II.

Il est ainsi possible de remonter à l'évolution de la tension aux bornes du gaz et de l'alumine en fonction de la température (Figure III.20).

La permittivité de l'alumine ne varie pas suffisamment de 25 à 350°C pour pouvoir déséquili-

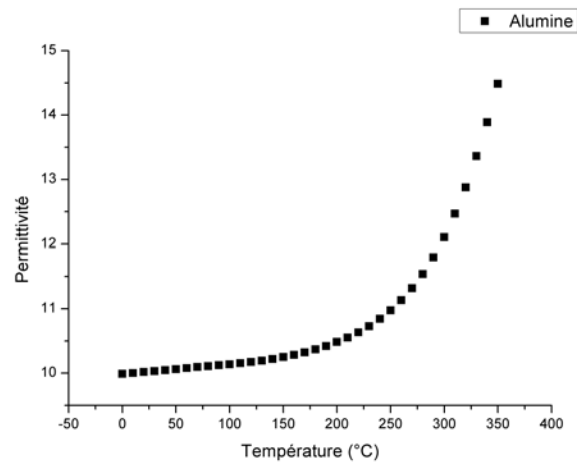


FIGURE III.19 – Evolution de la permittivité de l'alumine en fonction de la température pour une fréquence de 50Hz.

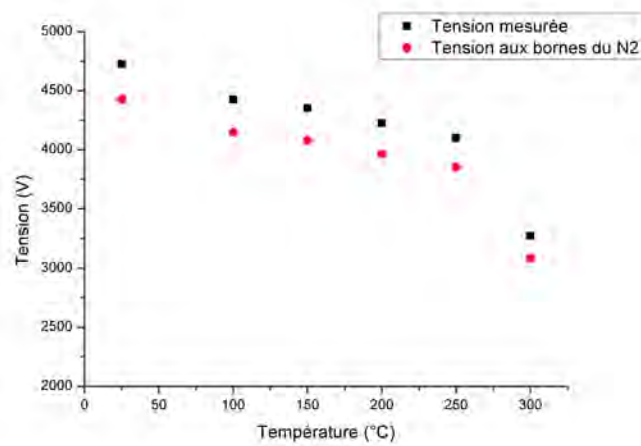


FIGURE III.20 – Evolution de la tension aux bornes de l'azote en fonction de la température

librer suffisamment le pont diviseur capacitif et ainsi expliquer la diminution observée du seuil d'apparition des décharges. Il est donc nécessaire de trouver une autre explication.

Si la modification de la permittivité ne peut pas expliquer à elle seule la chute observée, l'effet du matériau n'est toutefois pas à éliminer pour autant, en effet le "conditionnement" de l'échantillon dû aux cyclages en température et aux décharges pourrait expliquer cette chute. Toutefois, des mesures réalisées sur des alumines "neuves" pour des tests menés directement à 250°C et donc n'ayant pas subi de "conditionnement" préalable possèdent des seuils équivalents à l'alumine précédemment testée ce qui exclut aussi cette hypothèse.

Lors de chaque mesure en température, les signatures PRPD des décharges sont enregistrées. Il est donc intéressant de les regarder plus en détail. Chaque PRPD a été réalisé à proximité du seuil et avec les mêmes paramètres d'acquisition. Le seul paramètre variable est le couple Pre-gain / Main Gain qui est choisi afin que l'intensité des décharges soit à environ 25% du seuil de saturation de notre dispositif (voir figure III.21, III.22 et III.23).

La première conclusion est que le C_3F_8 et le $c-C_4F_8$ possèdent des signatures assez semblables qui diffèrent complètement de celles observées dans le cas de l'azote. En effet l'azote possède une signature très caractéristique d'une décharge couronne avec des décharges de même intensités sur une seule alternance (voir figure III.21) ce qui semble logique compte tenu de la configuration pointe-plan utilisée. On note toutefois que quand la température augmente, le nombre et l'amplitude des décharges semblent diminuer.

Le C_3F_8 et le $c-C_4F_8$ possèdent des signatures constituées de décharges regroupées dans une forme très caractéristique sur chaque alternance. Dans leur article Kim et al. [2004], montrent que ce genre de signature est caractéristique de gaz électronégatifs et que leur forme peut être de deux types : soit "rabbit like" c'est à dire présentant une première impulsion qui forme les "oreilles d'un lapin" suivie d'une bosse formant le "dos du lapin" soit "turtle-like" où il n'y a qu'une bosse sur chaque alternance dépendant de la concentration de gaz fluorocarbonés présents. Dans les gaz étudiés, la signature est du type "rabbit-like".

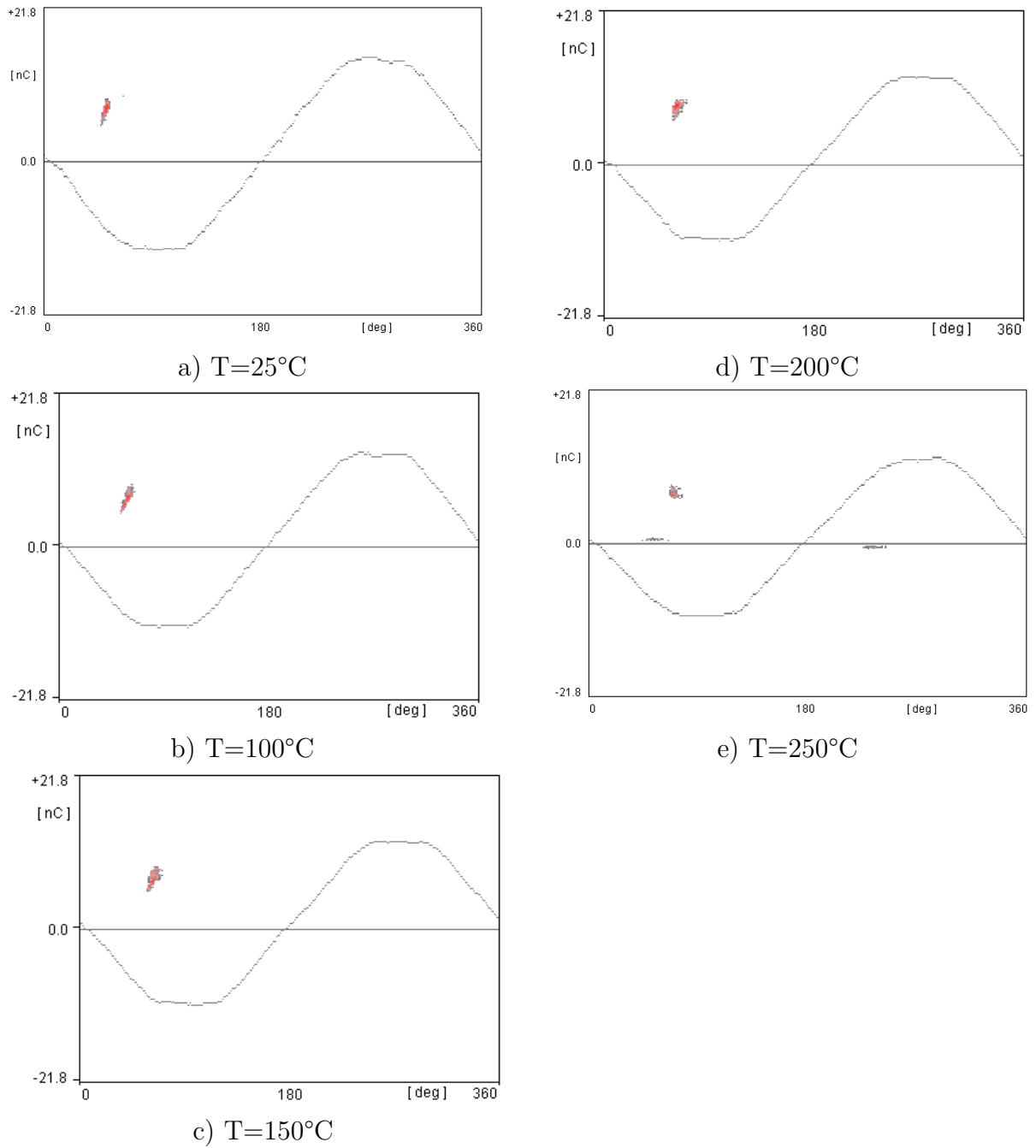


FIGURE III.21 – Evolution des signatures PRPD dans l'azote en fonction de la température

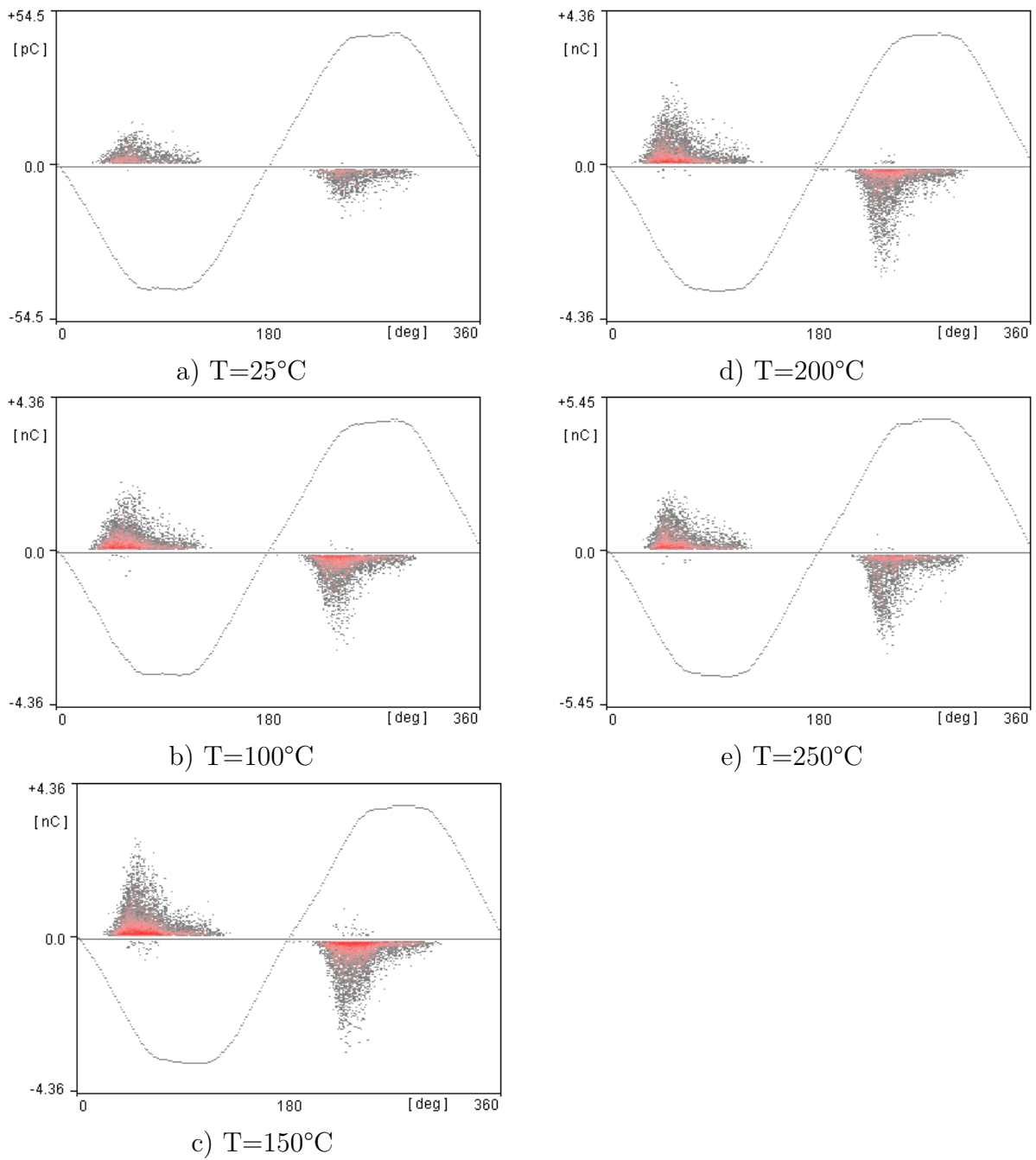


FIGURE III.22 – Evolution des signatures PRPD dans C_3F_8 en fonction de la température

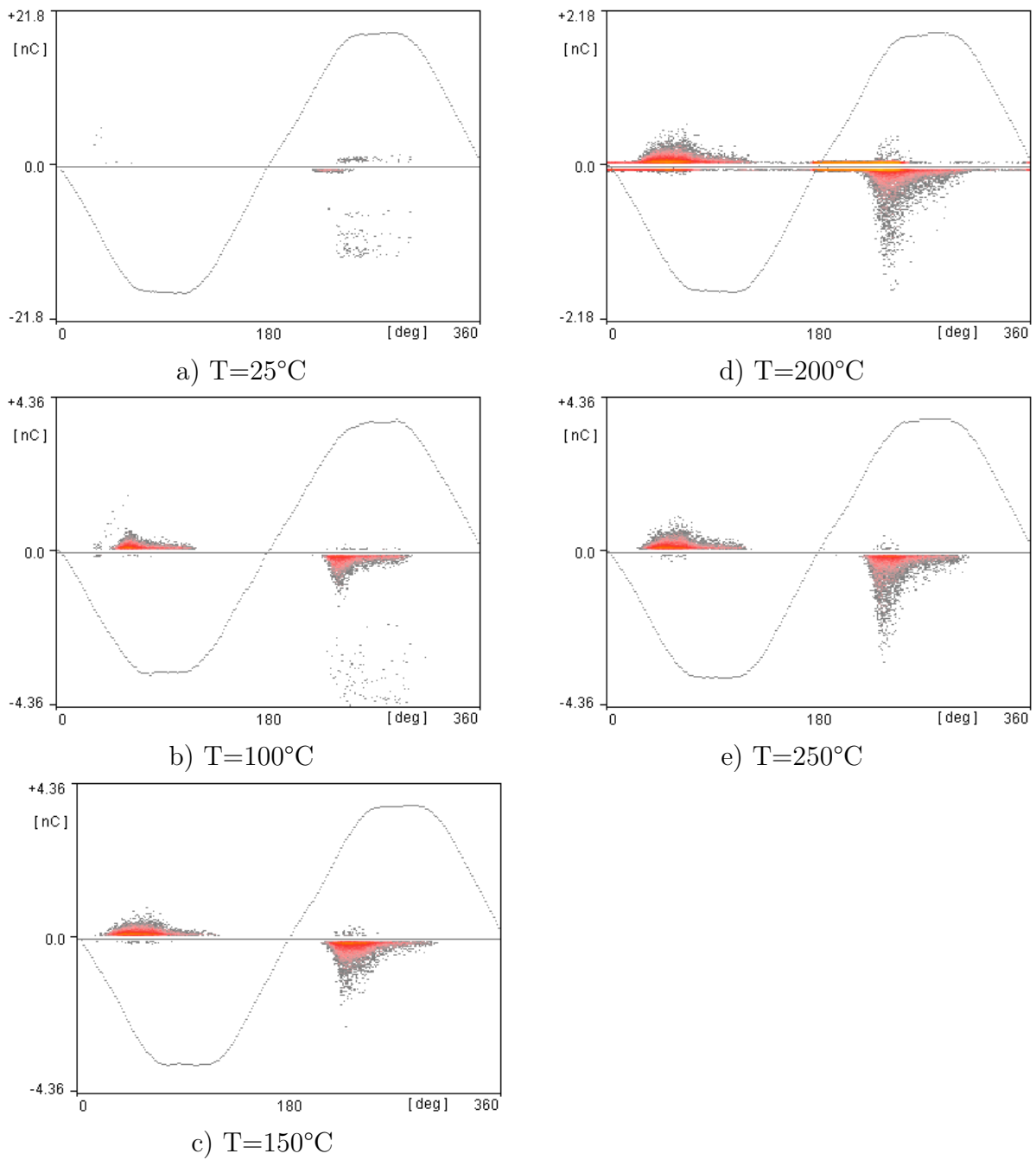


FIGURE III.23 – Evolution des signatures PRPD dans $c\text{-C}_4\text{F}_8$ en fonction de la température

III.3.3 Changement du substrat céramique

Dans ce paragraphe, on se propose de montrer l'effet des charges en surface sur le seuil d'apparition des décharges. Des expériences réalisées dans le chapitre II, on retient que l' Al_2O_3 et l' AlN ont exactement le même comportement (plutôt résistif) à haute température et c'est pourquoi dans cette série d'expériences, les tests n'ont été réalisés que sur l' Al_2O_3 et sur le Si_3N_4 qui lui possède un comportement plutôt capacitif en haute température. On s'attend donc à voir une différence au niveau du seuil à haute température entre les deux substrats. En effet, le Si_3N_4 va contrairement à l' Al_2O_3 conserver l'effet mémoire à haute température ce qui aura tendance à faire diminuer un peu plus le seuil d'apparition des décharges.

Dans ces expériences, l' Al_2O_3 est remplacée par du Si_3N_4 présentant les mêmes caractéristiques géométriques.

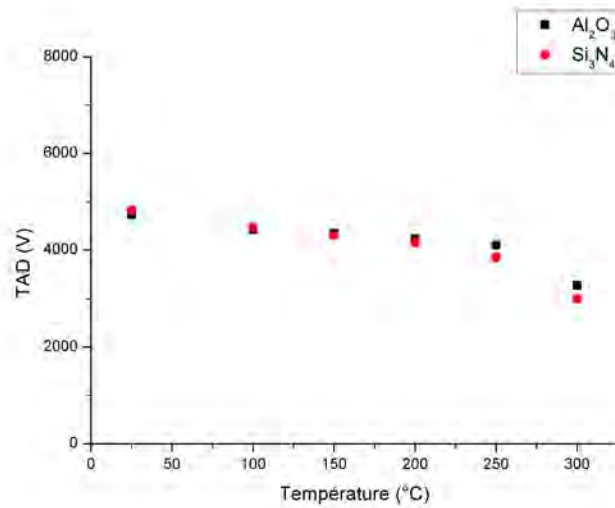
La figure III.24 montre donc l'effet du substrat sur le seuil d'apparition des décharges en température sur chaque gaz considéré.

On constate que la nature de la céramique ne semble jouer aucun rôle dans l'évolution des seuils d'apparition des décharges.

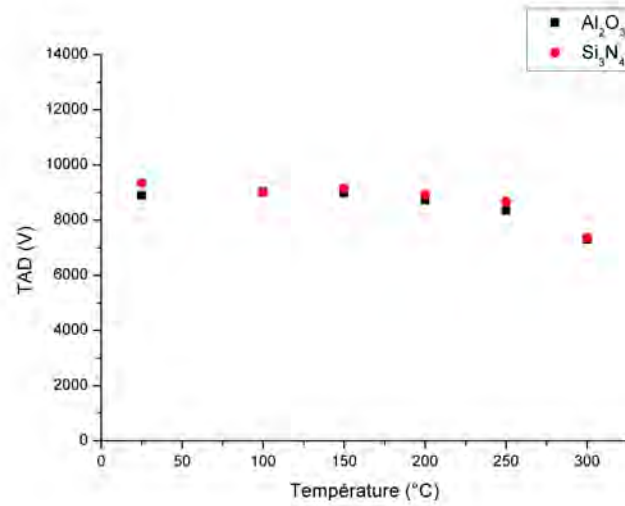
Toutefois, la comparaison des PRPD dans l'azote (voir figure III.25) permet d'observer une différence concernant le type de décharge.

En effet alors que le PRPD de l' Al_2O_3 révèle une décharge couronne classique, on peut apercevoir dans le cas du Si_3N_4 , des décharges apparaissant durant l'autre alternance. En se référant au chapitre 3, on sait que le Si_3N_4 va contrairement à l' Al_2O_3 conserver les charges déposées en surface. Ces charges piégées en surface vont augmenter le champ et par conséquent diminuer la différence de potentiel nécessaire à l'apparition des décharges (effet mémoire). Si la variation est suffisante, elle provoque des décharges durant l'alternance négative. Bien évidemment, comme le montre le PRPD, celles-ci ont une occurrence plus faible.

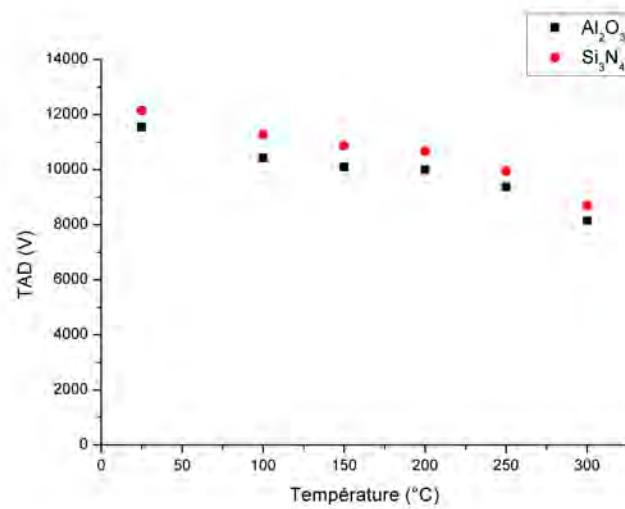
Les PRPD du C_3F_8 et du $\text{c-C}_4\text{F}_8$ (voir figure III.26 et III.27) en revanche ne présentent aucun changement par rapport à ceux obtenus précédemment.



a)



b)



c)

FIGURE III.24 – Evolution du seuil en fonction de la température pour a) N₂ b) C₃F₈ et c) c-C₄F₈ pour deux substrats différents en configuration pointe-plan (g=1mm).

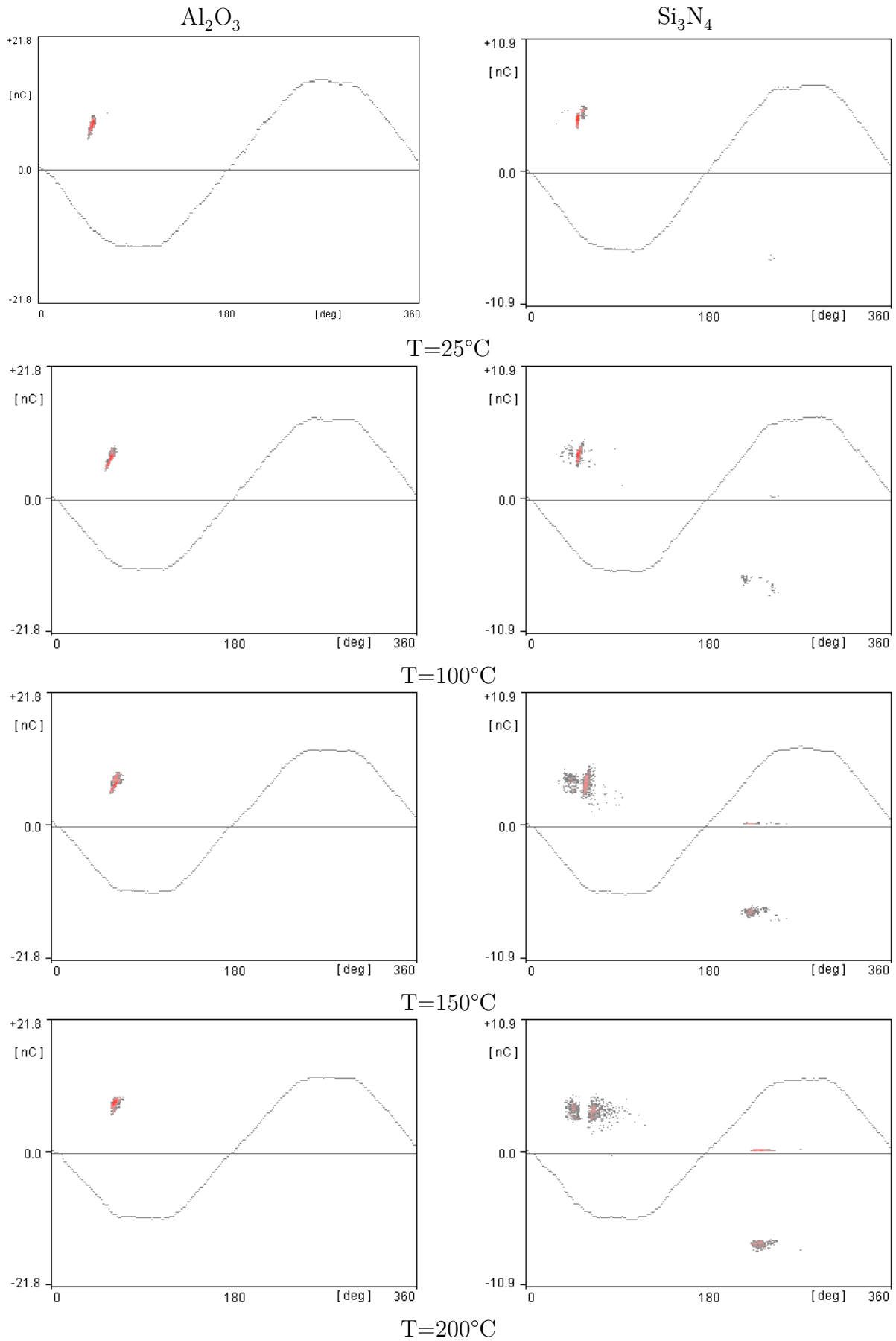


FIGURE III.25 – Comparaison des signatures PRPD dans N_2 en fonction de la température pour une distance de 1mm avec un substrat de Al_2O_3 et de Si_3N_4

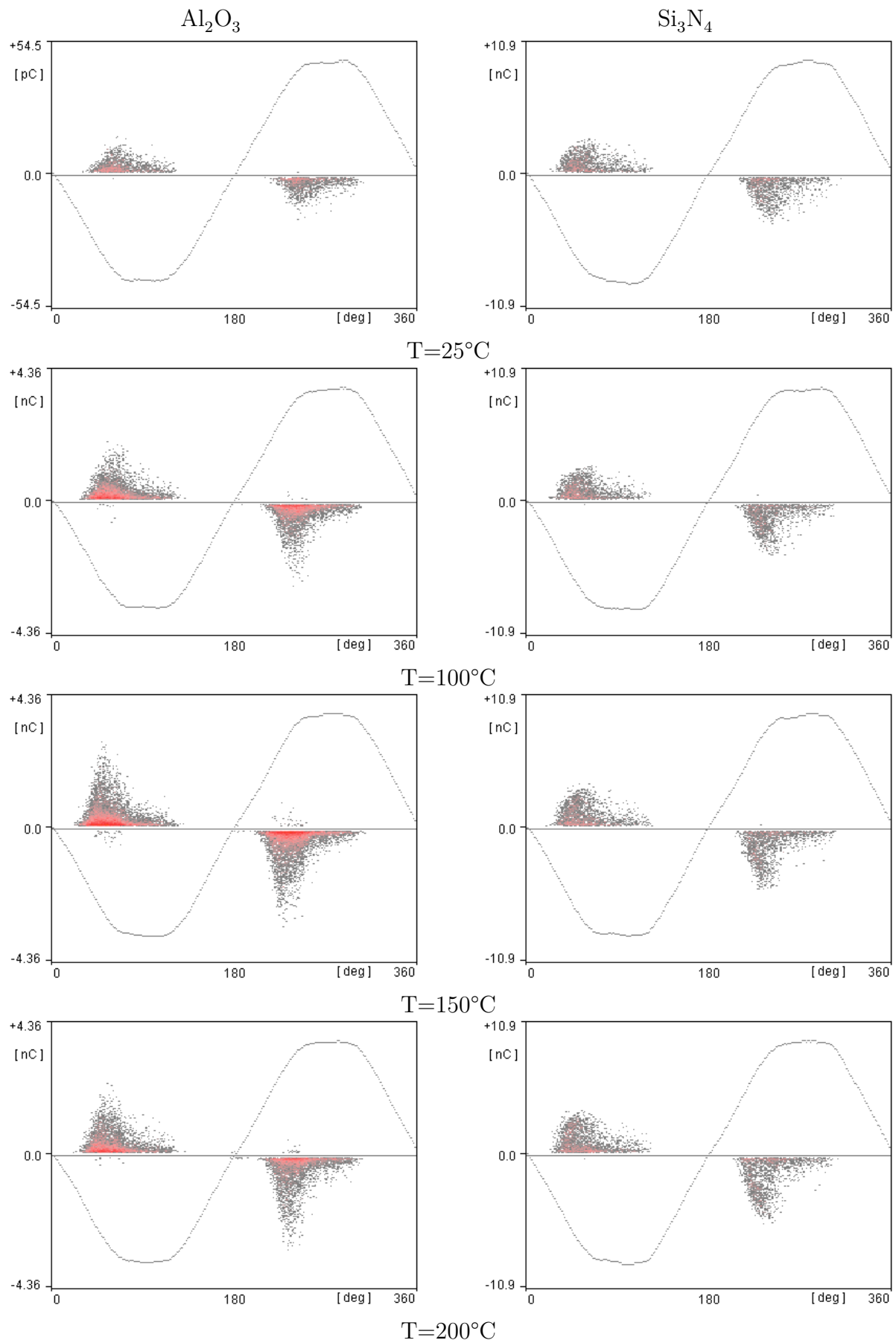


FIGURE III.26 – Comparaison des signatures PRPD dans C_3F_8 en fonction de la température pour une distance de 1mm avec un substrat de Al_2O_3 et de Si_3N_4

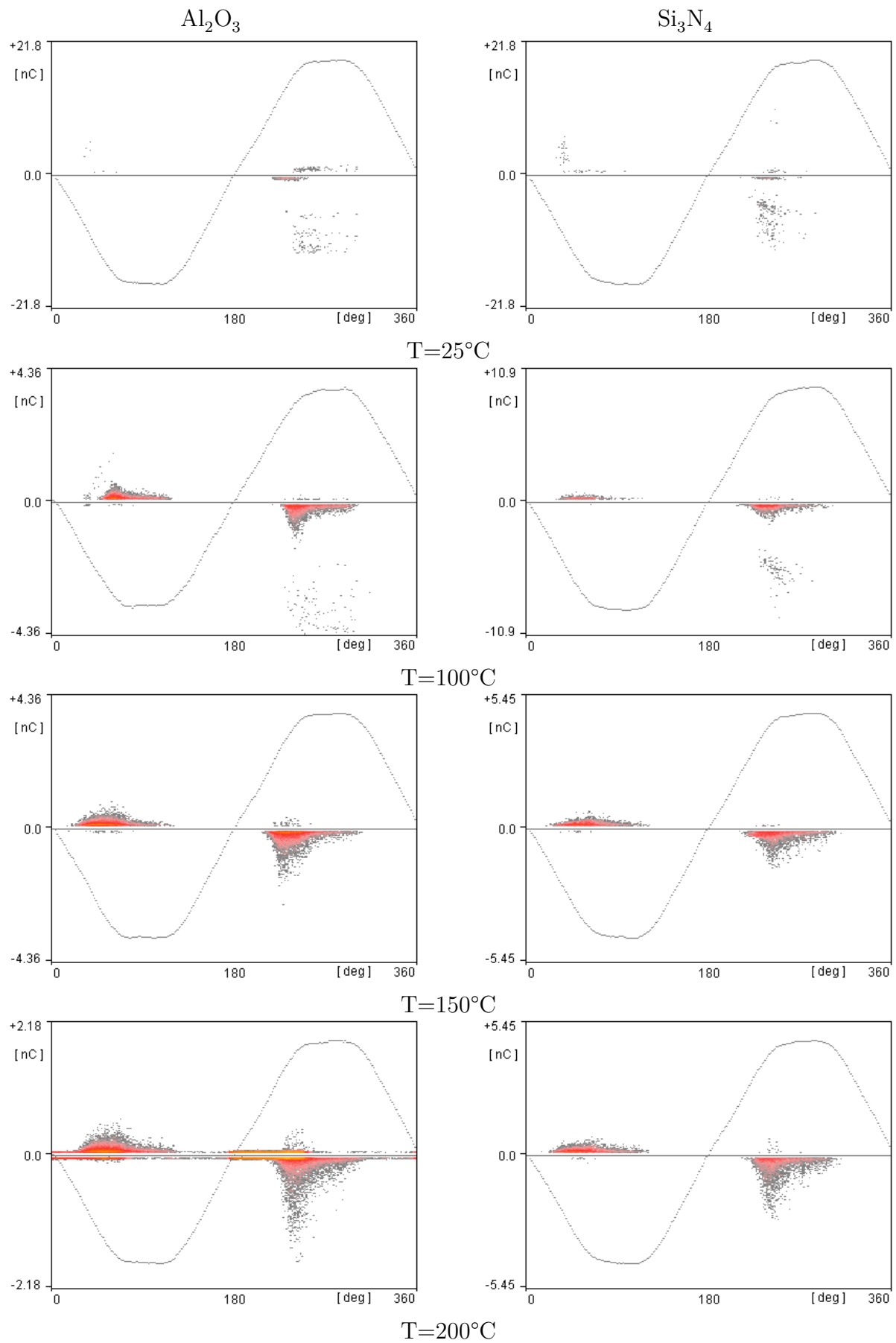


FIGURE III.27 – Comparaison des signatures PRPD dans $c\text{-C}_4\text{F}_8$ en fonction de la température pour une distance de 1mm avec un substrat de Al_2O_3 et de Si_3N_4

III.3.4 Variation de la distance inter-électrodes

Le substrat est à nouveau l'alumine. Au moyen d'une cale étalon, la distance inter-électrodes est modifiée. Les distances (entre le substrat et la pointe) sont de 1 mm, 500 μm et 100 μm .

La figure III.28 présente la variation du seuil d'apparition des décharges dans le N_2 , le C_3F_8 et le $\text{c-C}_4\text{F}_8$ en fonction de la température pour les 3 distances précédentes.

Le tracé de ces courbes en relatif permet d'apprécier l'effet de la distance inter-électrodes (voir figure III.29). La diminution du TAD avec la température est de moins en moins marquée à mesure que la distance diminue jusqu'à n'être quasiment plus visible à 100 μm .

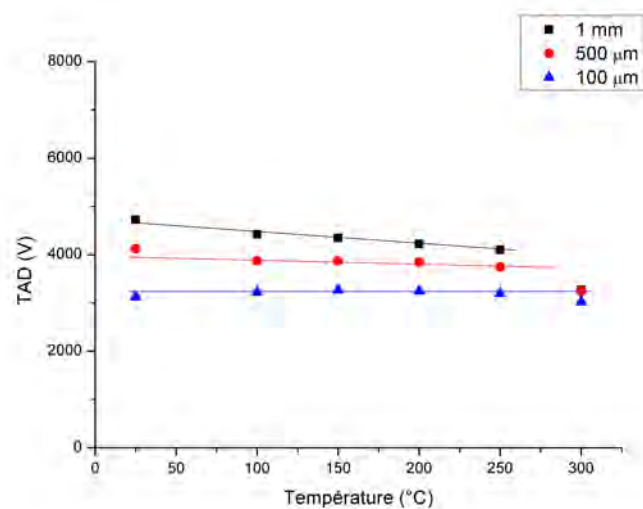
La figure III.30 permet de comparer les signatures PRPD de l'azote à 1 mm et à 100 μm .

Sur cette figure, on voit clairement une différence entre les décharges à 1 mm dans l'azote et celles à 100 μm . En effet, à 100 μm , les décharges se produisent sur les deux alternances ! Ceci est tout à fait concevable car à faible distance, le champ tend à devenir quasi-homogène, les décharges peuvent donc se produire aussi pendant l'alternance négative.

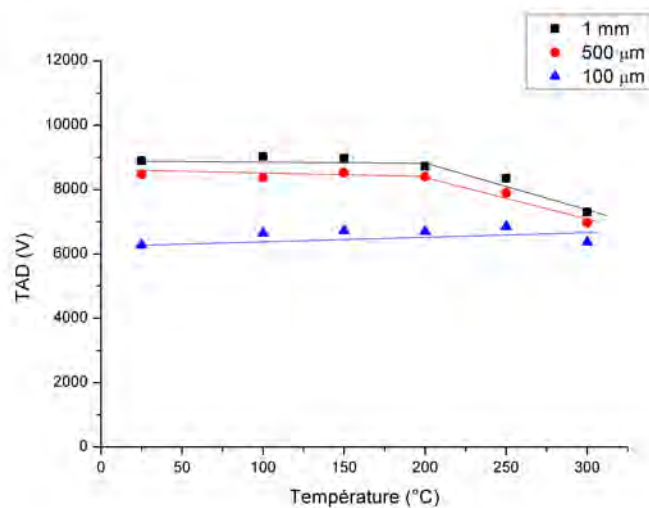
La comparaison des signatures du C_3F_8 et $\text{c-C}_4\text{F}_8$ (voir figure III.31 et III.32) montre une différence de type de décharge en fonction de la distance. En effet la décharge à 100 μm que ce soit pour le C_3F_8 ou le $\text{c-C}_4\text{F}_8$ paraît moins intense et ne ressemble plus à une signature "turtle-like" ou "rabbit-ear-like". Ce changement, tout comme celui observé dans l'azote, est attribué à l'évolution de la nature du champ.

La chute du seuil d'apparition des décharges peut être finalement expliqué en considérant l'échauffement local comme un système ouvert, c'est à dire que les parois sont suffisamment éloignées de la source de chaleur pour que l'on se retrouve dans la même situation qu'une plaque chauffante dans une salle. Dans ce cas, on sait que le seuil d'apparition des décharges va dépendre de la densité de l'air présent à proximité de la pointe mais aussi de la température et de la pression à proximité de celle-ci. Le postulat de Peek [Peek Jr., 1920] montre que la température provoque un décalage de la courbe de Paschen vers le bas quand la température augmente ce qui conduit à une chute du seuil d'apparition des décharges avec la température. Ce postulat vient du fait qu'à proximité de la pointe la pression n'augmente pas. Bien au contraire. L'augmentation de température engendre une diminution de la densité de l'air qui a pour effet d'augmenter le libre parcours moyen des électrons permettant ainsi aux électrons de gagner suffisamment d'énergie pour réaliser des collisions. Il serait possible d'obtenir une décharge à des tensions plus faibles. Ce phénomène a été souvent observé que ce soit sur des lignes de transport d'énergie [Xu et al., 2012, Holtzhausen et al., 2010] ou encore sur des échantillons de laboratoire de type pointe-plan [Abdel-Salam and Allen, 2005, Allen and Kong, 2006]. En plus de diminuer la densité de l'air, la température a également pour effet d'augmenter l'énergie interne des molécules ce qui facilite leur ionisation.

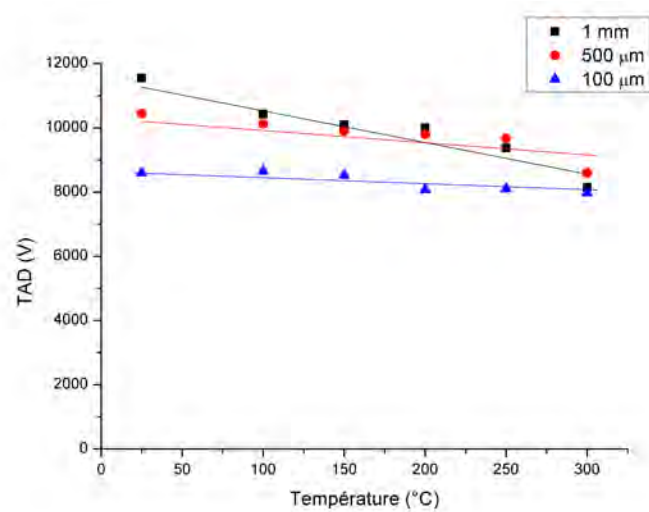
Pour vérifier si l'échauffement local est bien responsable, au travers de la diminution locale de la densité, de la chute du seuil d'apparition des décharges avec la température, des études vont être menées en chauffage global en insérant l'enceinte dans un four.



a)

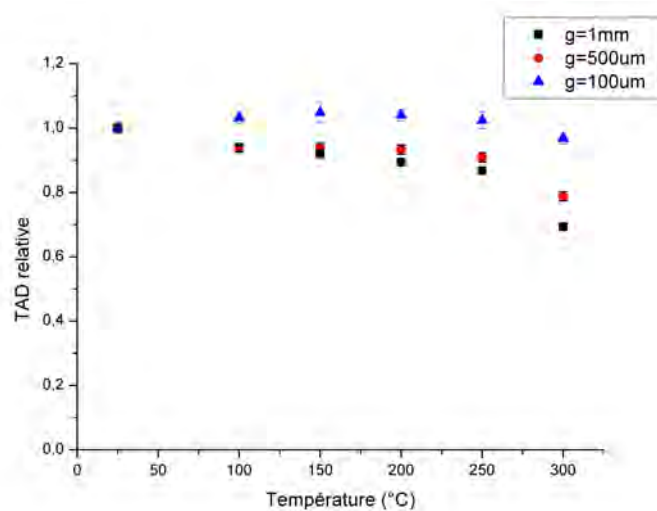


b)

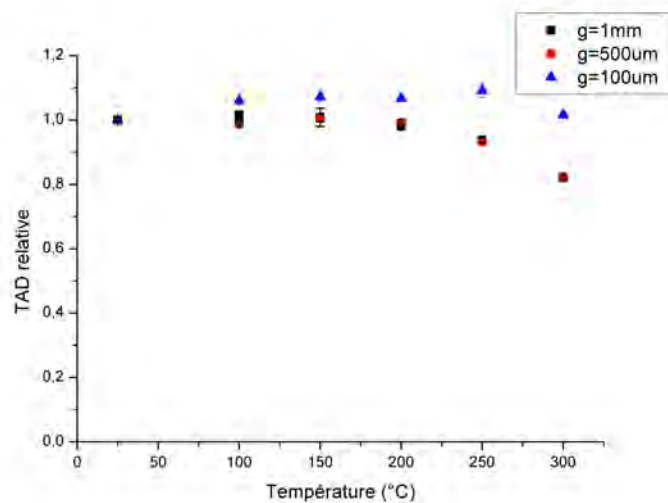


c)

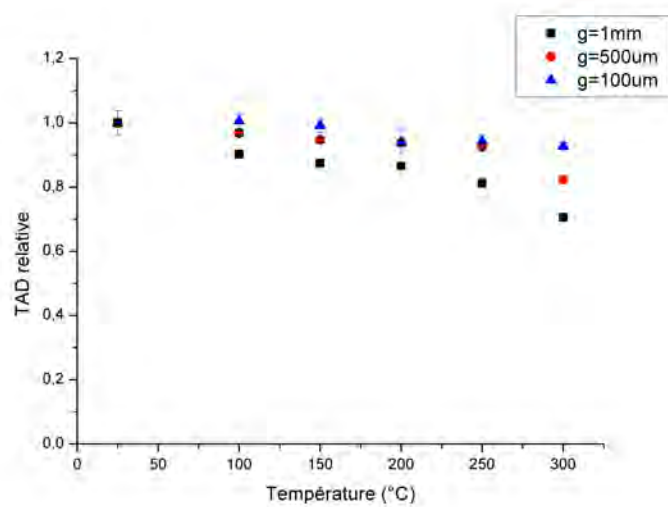
FIGURE III.28 – Evolution du seuil en fonction de la température pour a) N_2 b) C_3F_8 et c) $c-C_4F_8$ pour différentes distances pointe-plan Alumine.



a)



b)



c)

FIGURE III.29 – Evolution relative du seuil en fonction de la température pour a) N₂ b) C₃F₈ et c) c-C₄F₈ pour différentes distances pointe-plan Alumine.

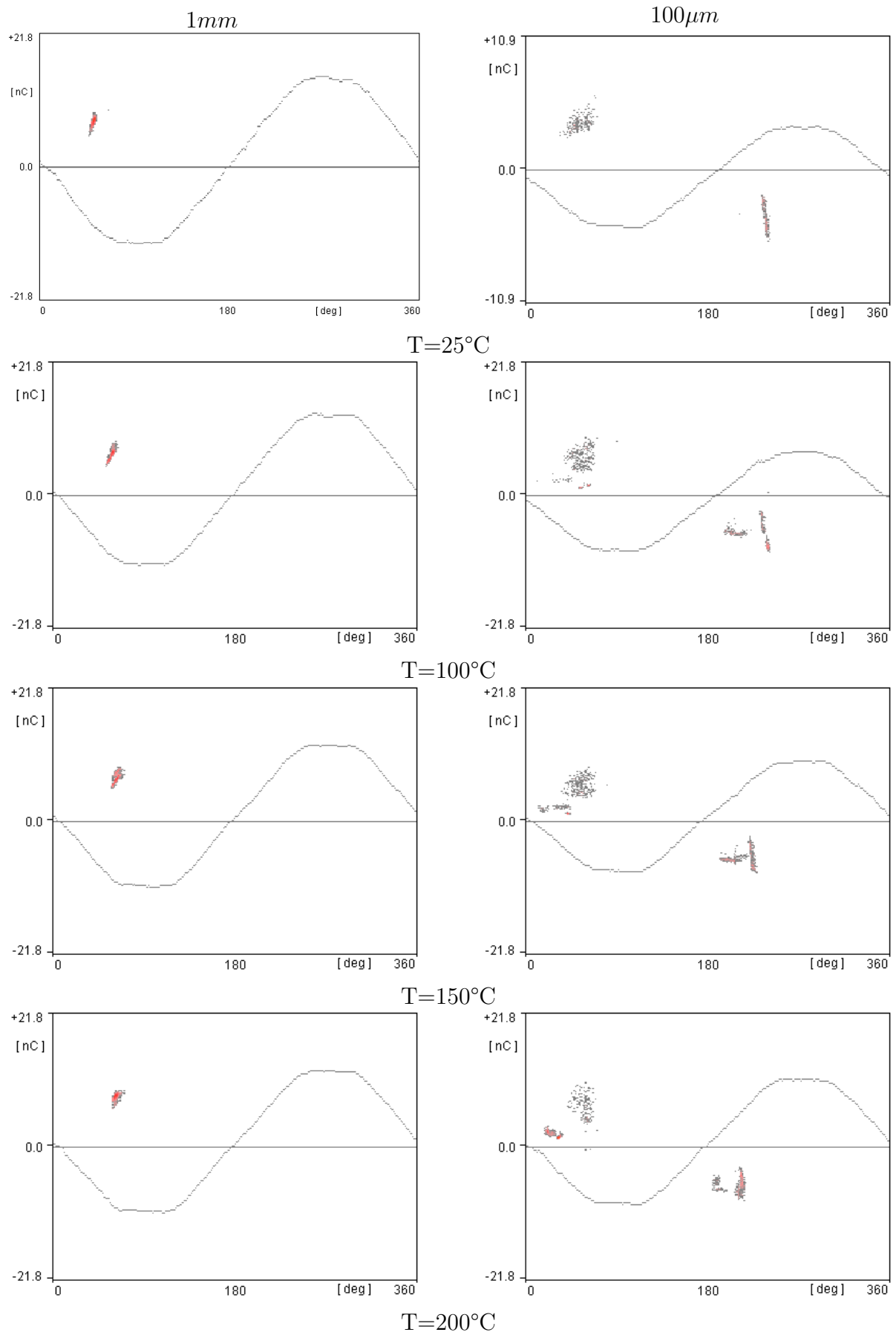


FIGURE III.30 – Comparaisons des signatures PRPD dans N_2 en fonction de la température pour une distance de 1mm et $100\mu\text{m}$

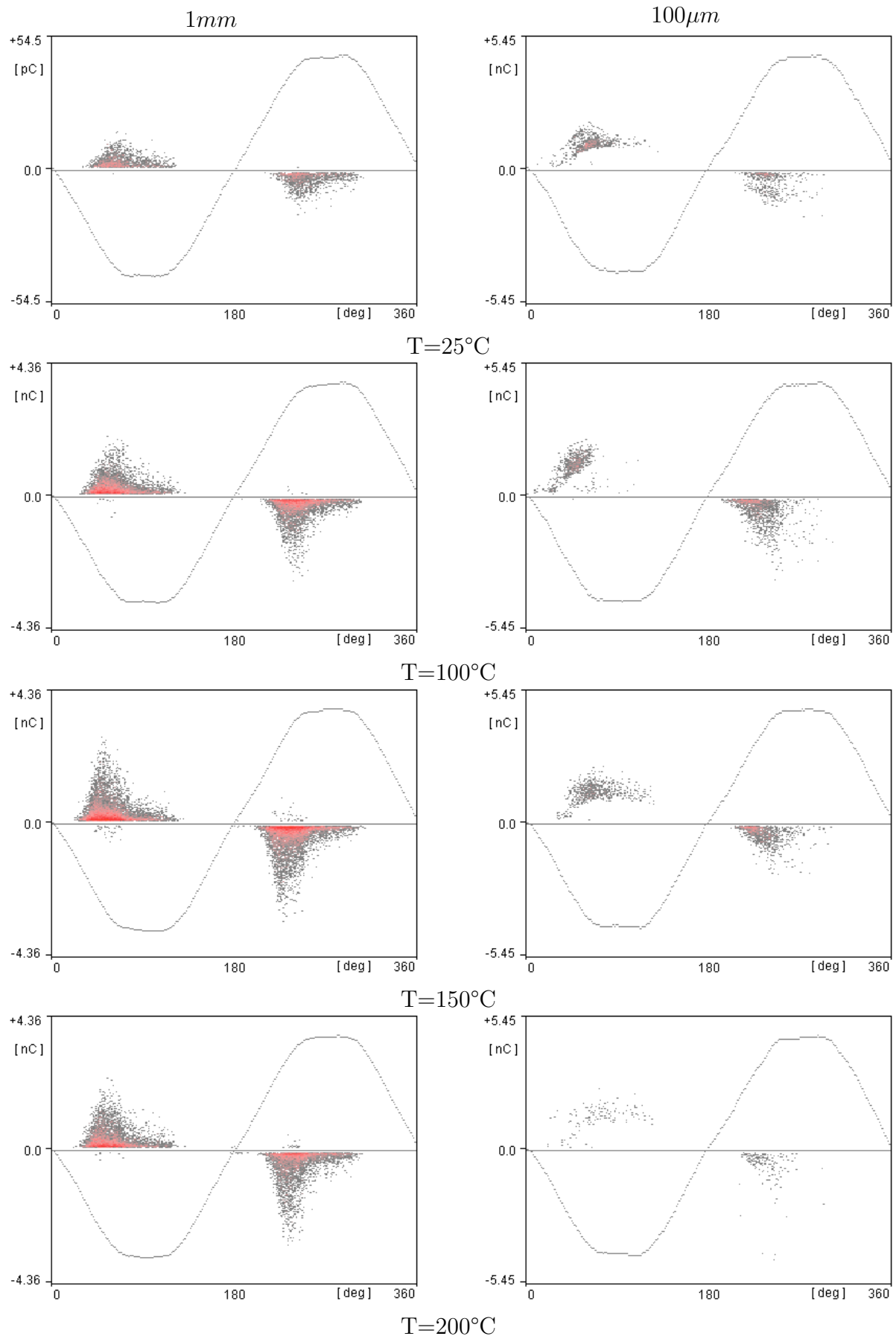


FIGURE III.31 – Comparaisons des signatures PRPD dans C_3F_8 en fonction de la température pour une distance de 1mm et 100 μm

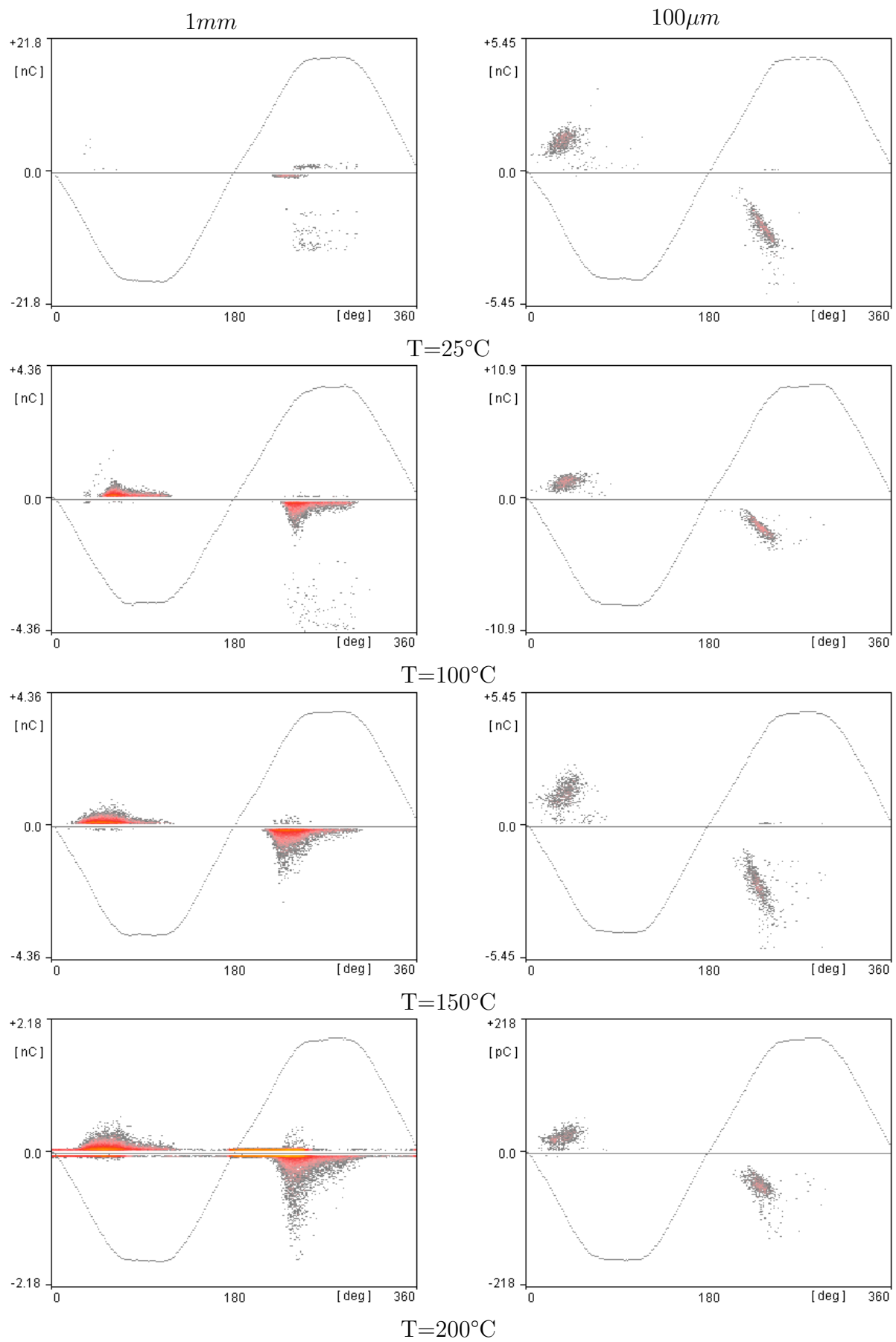


FIGURE III.32 – Comparaisons des signatures PRPD dans $c\text{-C}_4\text{F}_8$ en fonction de la température pour une distance de 1mm et 100 μm

III.4 Chauffage global de l'enceinte

Compte tenu de la spécificité de ce chauffage "global", le protocole a dû être modifié.

III.4.1 Protocole expérimental

Une fois le substrat positionné, la pointe placée à la distance choisie et toutes les brides refermées, le vide dans l'enceinte est effectué comme précédemment.

Il faut dans un premier temps purger la ligne de gaz en ouvrant la vanne d'injection de gaz (cette étape peut être évitée si l'on n'a pas changé de bouteille de gaz). Une fois la ligne purgée, la vanne est refermée, la bouteille et la vanne du détendeur sont ouvertes afin de pouvoir commencer l'injection.

Une fois l'injection du gaz choisi réalisée, toutes les vannes sont fermées, le raccord VCR reliant la vanne de l'enceinte à la croix est démonté et l'enceinte peut être déplacée dans le four Carbolyte.

Une fois l'enceinte dans le four, la masse est connectée ainsi que la haute-tension puis le four est refermé puis chauffé à la température désirée. Après 2h30, l'enceinte est thermalisée et le test de DIV peut être réalisé.

III.4.2 Résultats

Les résultats obtenus pour les différents gaz en fonction de la température pour une distance de 1mm sont donnés dans la figure III.33.

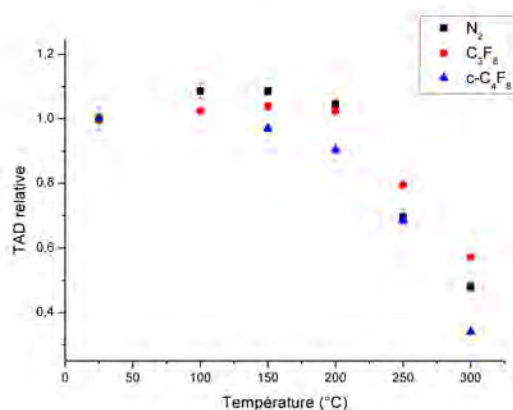


FIGURE III.33 – Evolution de la TAD relatif en fonction de la température pour a) N₂, b) C₃F₈ et c) c-C₄F₈ en configuration pointe-plan Alumine (g=1mm) dans le cas d'un chauffage global

On constate une diminution du seuil d'apparition des décharges en chauffage global. Ces résultats sont en contradiction avec notre hypothèse : le postulat de Peek ne peut plus être appliqué dans les conditions d'un chauffage global.

En comparant les résultats obtenus en chauffage local et global, on constate que la chute est plus importante dans ce dernier cas ce qui nous éloigne encore un peu plus de nos hypothèses qui impliquaient l'inhomogénéité en température comme cause probable de chute de tension d'amorçage (voir figure III.34, III.35 et III.36).

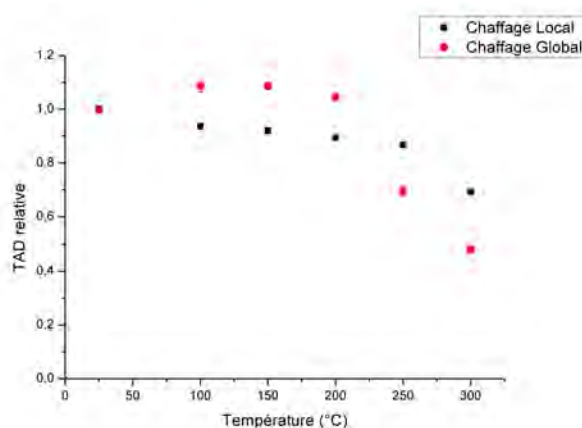


FIGURE III.34 – Evolution de la TAD en fonction de la température pour le N_2 en configuration pointe-plan Alumine ($g=1\text{mm}$) dans les deux cas considérés

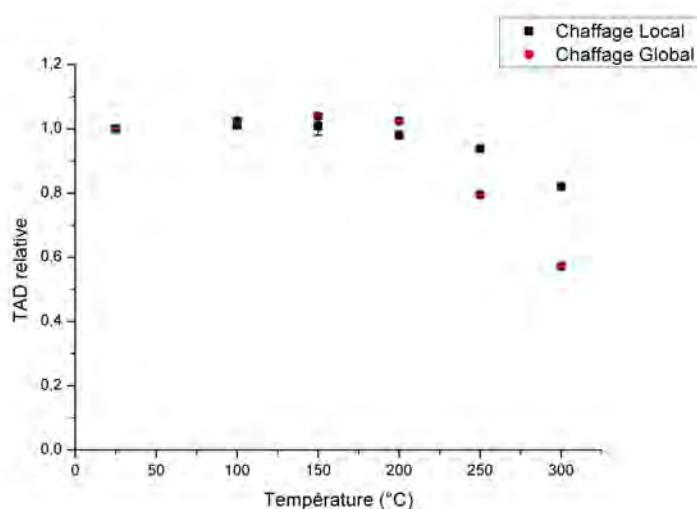


FIGURE III.35 – Evolution de la TAD en fonction de la température pour le C_3F_8 en configuration pointe-plan Alumine ($g=1\text{mm}$) dans les deux cas considérés

Afin d'être sûr que ces résultats ne sont pas liés à un artefact expérimental (fuite de la vanne ou de l'enceinte elle-même avec la déformation des joints cuivre à haute température par exemple), nous avons mesuré la température ainsi que la pression dans l'enceinte une fois le four chauffé à 250°C pendant 2h30. Nous avons dû ouvrir la porte du four attendre une dizaine de minutes pour connecter un ohmmètre ainsi que le manomètre sur l'enceinte. Le résultat montre que la pression à l'intérieur de l'enceinte est d'environ 1,5 bar alors que la température est de 222°C. En faisant un rapide calcul, une élévation de température de 200°C donnerait,

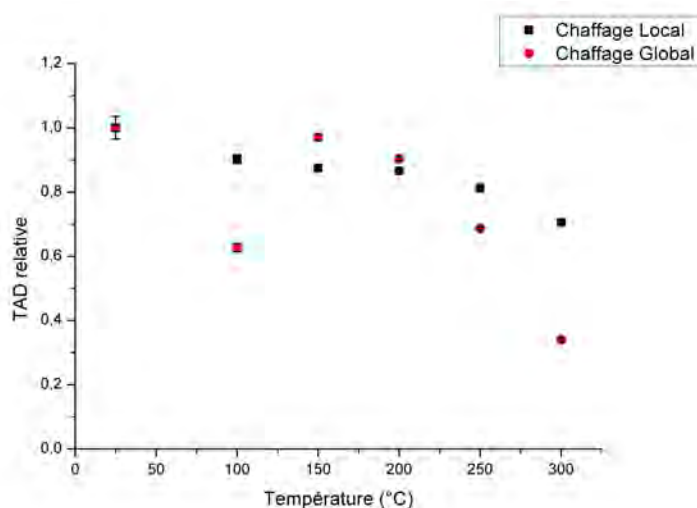


FIGURE III.36 – Evolution de la TAD en fonction de la température pour le $c\text{-C}_4\text{F}_8$ en configuration pointe-plan Alumine ($g=1\text{mm}$) dans les deux cas considérés

s'il s'agissait d'un gaz parfait, une pression de 1,7 bar. Ceci montre clairement que la pression à l'intérieur de l'enceinte a chuté et donc que l'enceinte fuit légèrement à haute température modifiant ainsi les données obtenues à haute température.

Pour la suite de notre étude nous ne prendrons en compte que les résultats obtenus jusqu'à 200°C, température au delà de laquelle la fuite se fait déjà sentir.

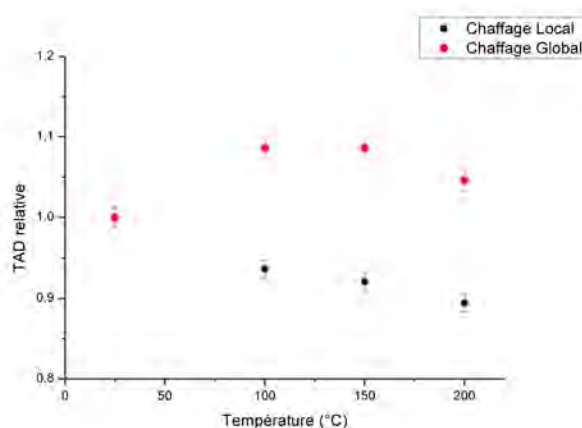


FIGURE III.37 – Evolution de la TAD en fonction de la température pour le N_2 en configuration pointe-plan Alumine ($g=1\text{mm}$) dans le cas d'un chauffage global ou local

Afin de compléter notre étude, les signatures PRPD ont été relevées et comparées à celles obtenues en chauffage local.

Les figures III.39 et III.40) concernent respectivement l'azote et le C_3F_8 en fonction de la température.

Dans le cas de l'azote, le chauffage global montre un comportement des seuils totalement différents de ceux obtenus à l'aide du chauffage local. En effet alors qu'en chauffage local, le seuil a tendance à chuter légèrement avec la température, celui-ci augmente en chauffage global. Ceci

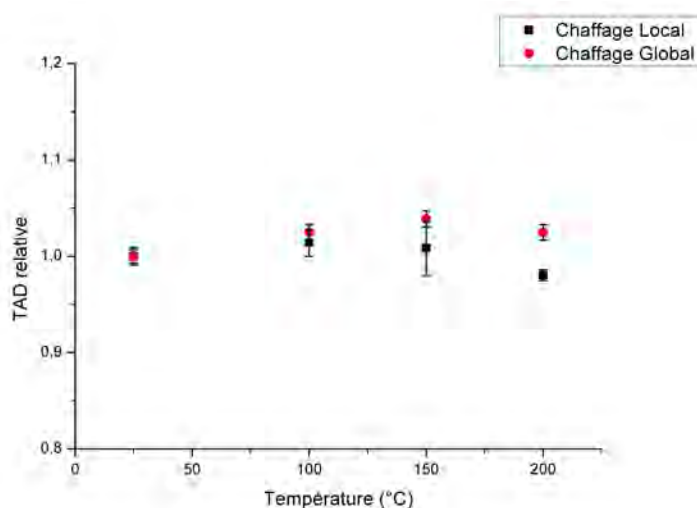


FIGURE III.38 – Evolution de la TAD en fonction de la température pour le C_3F_8 en configuration pointe-plan Alumine ($g=1\text{mm}$) dans le cas d'un chauffage global ou local

est tout à fait normal car dans le cas du chauffage global, le gaz va être chauffé uniformément et va donc voir sa pression augmenter faisant ainsi augmenter le seuil d'apparition des décharges.

Ces résultats sont analogues à ceux de Lebey et al. [2010] dans le cas d'un chauffage global. En effet même si la configuration n'était pas strictement la même, leurs résultats montrent une augmentation de la tension de quelques pourcents entre 20°C et 200°C .

D'autre part, en regardant le PRPD de l'azote on peut remarquer que l'intensité des décharges est plus faible en chauffage global.

On remarque également la présence de décharges parasites qui surviennent même à faible température et qui deviennent de plus en plus marquées à haute température. A 200°C , la signature ne ressemble plus du tout à une décharge dans l'azote ce qui nous conforte dans l'idée qu'une fuite est apparue.

Concernant le C_3F_8 , on remarque que jusqu'à 200°C les PRPD sont quasi-identiques et les TAD sont relativement constant. Cela permet aussi de montrer une certaine corrélation entre la signature PRPD et le TAD.

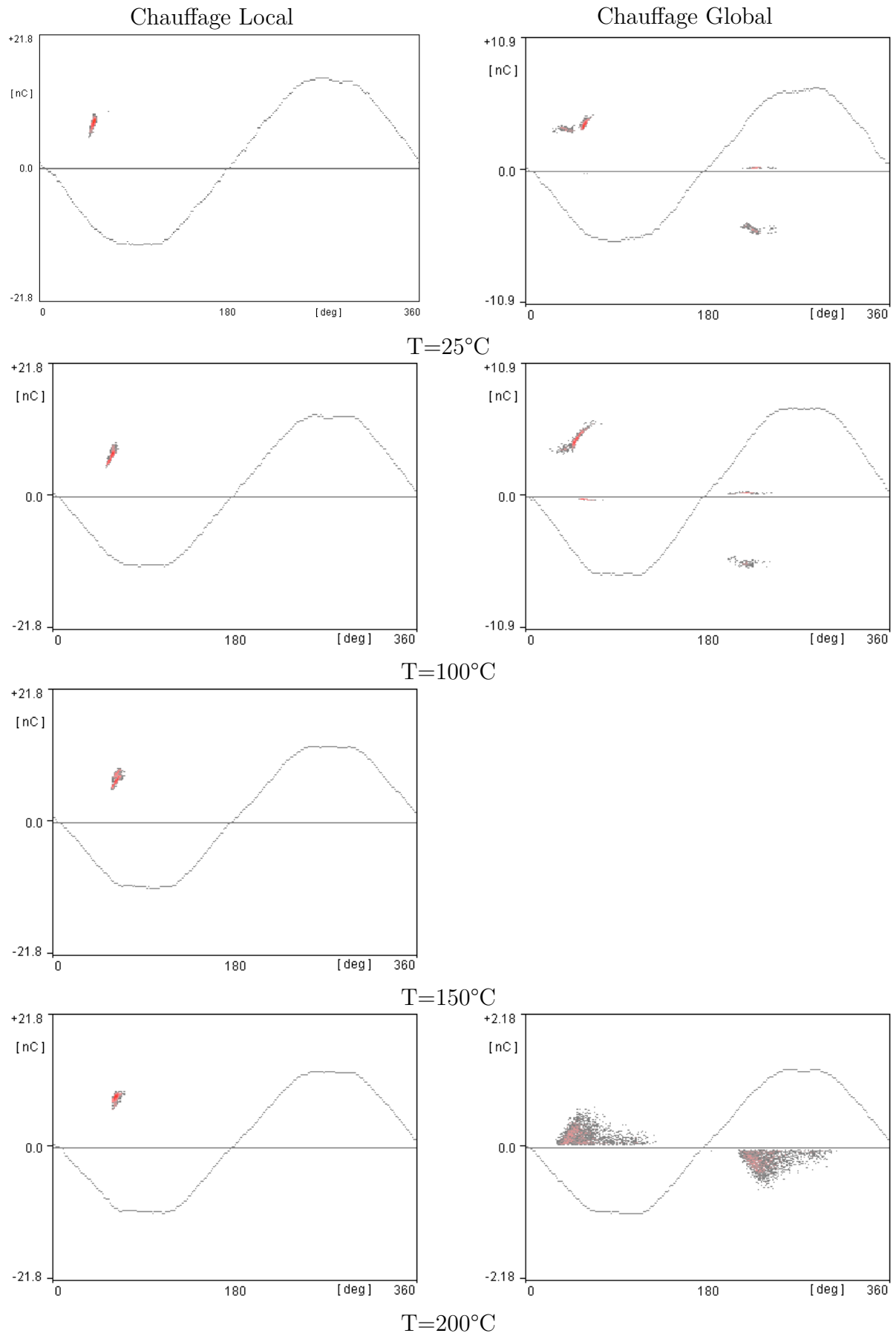


FIGURE III.39 – Comparaisons des signatures PRPD dans N_2 en fonction de la température en chauffage local et global

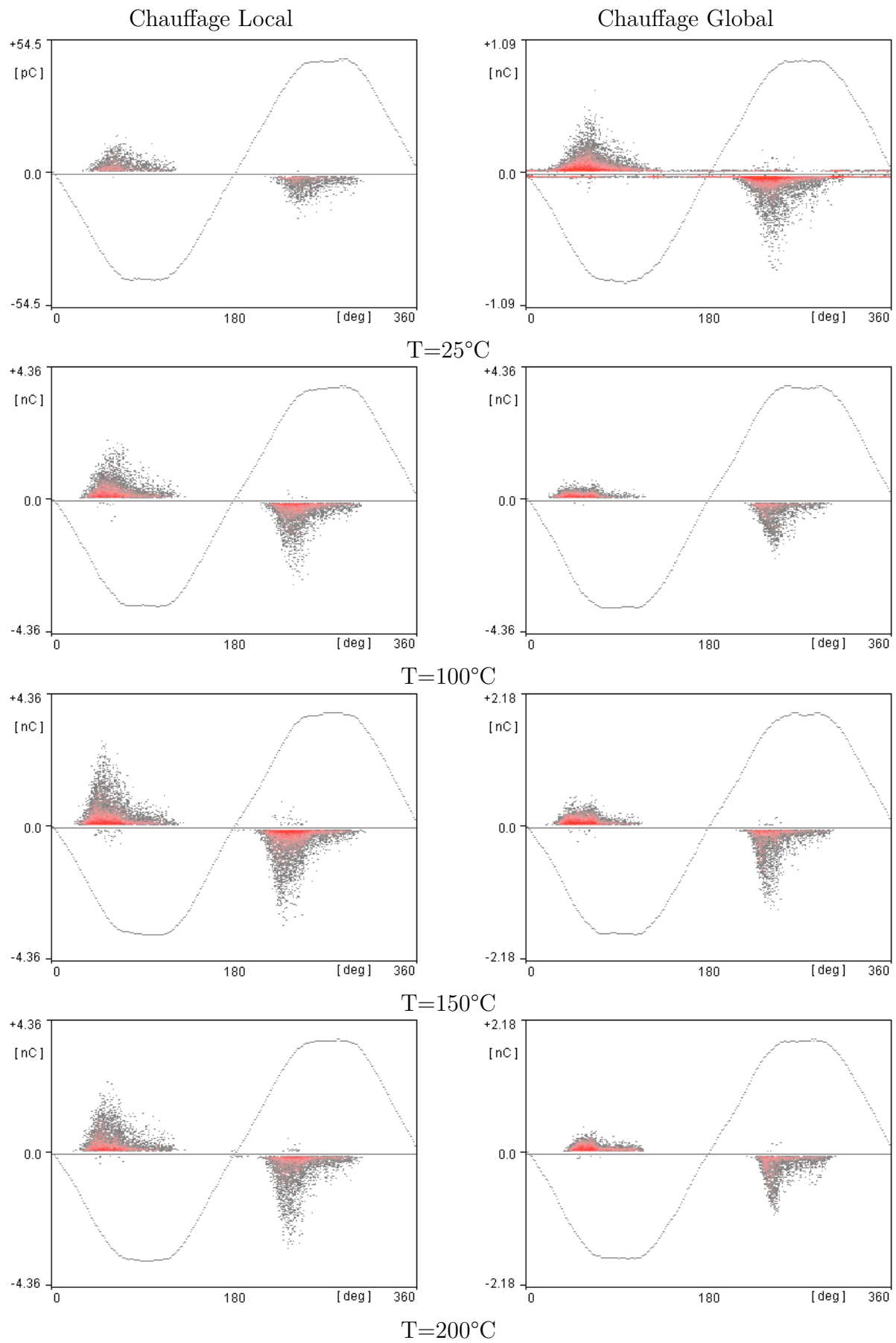


FIGURE III.40 – Comparaisons des signatures PRPD dans C_3F_8 en fonction de la température en chauffage local et global

III.5 Conclusion

Dans ce chapitre, le procédé expérimental visant à réaliser des tests de décharge dans le gaz en chauffage local a été décrit puis les premiers tests sous azote avec des DBCs alumine ont été réalisés. La dispersion des résultats, vraisemblablement liée au procédé de fabrication des échantillons rend l'analyse impossible et nous a obligé à nous tourner vers une structure pointe-plan qui paraît aux premiers abords plus simple pour la compréhension des mécanismes.

Les tests en chauffage local sur des substrats d'alumine en configuration pointe-plan ont révélé une diminution du seuil d'apparition des décharges à haute température et ceci quel que soit le gaz envisagé. L'hypothèse la plus vraisemblable est que cette chute est provoquée par la diminution de la densité du gaz à proximité de la pointe lors du chauffage localisé ayant ainsi pour effet d'augmenter le libre parcours moyen des électrons favorisant ainsi la décharge.

Le changement de substrat a quant à lui permis de montrer que le substrat qu'il ait un comportement résistif ou capacitif n'influencait pas le seuil d'apparition des décharges.

Les tests sur le changement de la distance inter-électrodes ont permis de mettre en évidence l'effet de l'uniformité du champ sur le seuil d'apparition des décharges avec une diminution de la variation avec la température lorsque la distance inter-électrodes diminuait.

Afin de vérifier l'hypothèse selon laquelle c'est la densité du gaz à proximité de la pointe qui interviendrait dans la diminution du seuil d'apparition des décharges, les mêmes expériences ont été réalisées dans le cas d'un chauffage global en plaçant l'enceinte dans un four. Les résultats obtenus ont révélé une chute encore plus importante du seuil d'apparition des décharges avec la température. Cette chute a pu être attribuée à une fuite de l'enceinte à haute température remettant en cause les résultats obtenus pour des températures supérieures à 200°C. Pour des températures inférieures, le seuil semble être quasi-constant quel que soit le gaz considéré. La pression ne semble donc pas augmenter suffisamment pour faire varier le seuil d'apparition des décharges, à moins qu'un autre phénomène qui tende à faire baisser le seuil ne se produise en parallèle à l'élévation de pression.

Il semblerait donc que même une structure "simple" pointe-plan ne permette pas de comprendre la physique de la décharge se produisant lors d'une élévation locale ou globale de la température et que d'autres expériences doivent être réalisées avec d'autres moyens de mesure et de détection. Notamment au niveau du gaz, il peut être intéressant de vérifier l'état du gaz après décharge grâce à de la chromatographie en phase gazeuse ou bien de localiser précisément l'endroit de la décharge au moyen d'un dispositif optique. Cela permettrait de répondre aux questions concernant le type de décharge et l'évolution de leur seuil avec la température. Il est tout de même à noter l'importance de l'exploitation des signatures PRPD.

Conclusion Générale

Conclusion Générale

L'état de l'art que nous avons effectué sur les modules de puissance haute température, nous a permis d'analyser leurs divers constituants ainsi que leurs limites à haute température. Après avoir rappelé que divers matériaux et structures de modules pouvaient être capables de remplacer les systèmes actuels en haute température, nous nous sommes focalisés sur la passivation des semi-conducteurs et leur encapsulation au sein du module. En effet, ni le gel silicone ni les résines époxy ne peuvent être utilisés dans les conditions sévères que nous envisageons et pour le moment aucun matériau isolant solide ne peut atteindre les 350°C sans pertes importantes de ses propriétés diélectriques. L'utilisation d'une isolation gazeuse a donc été envisagée.

L'objectif de cette thèse était donc l'étude de l'évolution du seuil d'apparition des décharges (considéré ici comme le seuil limite d'utilisation) dans ces isolants gazeux en vue de leur utilisation dans des modules de puissance pour une température de jonction pouvant atteindre voire dépasser les 350°C. Deux gaz fluorocarbonés ont été sélectionnés compte tenu de leurs propriétés diélectriques et de leur GWP faible : Il s'agit de l'octafluoropropane (C_3F_8) et de l'octafluorocyclobutane ($c-C_4F_8$). L'azote (N_2) a été choisi comme référence pour comparer ces gaz. Pour simuler les conditions d'un module de puissance dont la température de jonction des semi-conducteurs qui le constituent augmente, une céramique a été déposée à l'intérieur d'une enceinte hermétique et placée dans l'espace inter-électrodes. Son échauffement local permet de simuler l'échauffement de la puce.

Avant d'étudier le comportement des gaz en température, une étude des propriétés diélectriques à haute température des céramiques les plus utilisées (Al_2O_3 , AlN , Si_3N_4) a été réalisée. Il s'agit de l'écoulement des charges en surface à l'aide du potentiel de surface, de la spectroscopie diélectrique et, des caractéristiques $I(V)$. La mesure du potentiel de surface a permis d'observer deux comportements différents entre d'une part l' Al_2O_3 et l' AlN , et d'autre part, le Si_3N_4 . En effet alors que les deux premiers matériaux voient leurs charges en surface totalement disparaître à haute température, le Si_3N_4 les conserve même à 400°C. Afin de comprendre les raisons de ces comportements différents, une spectroscopie d'impédance a été réalisée sur les trois échantillons et a confirmé l'existence de deux comportements différents. La nature de l'impédance change dans l' Al_2O_3 et l' AlN avec la température passant d'un comportement capacitif à un comportement résistif ce qui pourrait expliquer l'écoulement rapide des charges aux températures élevées. Le Si_3N_4 quant à lui reste toujours capacitif, les charges pouvant

demeurer en surface même à haute température. Enfin, pour compléter ces résultats, des mesures de courant de conduction en DC ont été réalisées sur ces trois matériaux. Pour les deux premières céramiques, un courant limité par charge d'espace a été observé alors que la dernière révèle une conduction purement ohmique dans la gamme de champ et de température explorée.

Les premiers résultats sur l'impact d'un échauffement local des gaz sur leurs propriétés isolantes avec des DBC réalisés par nos soins à base d' Al_2O_3 ont montré l'importance du procédé d'élaboration des DBC sur la reproductibilité des résultats. Ceci nous a conduit à la nécessité de choisir une configuration qui nous semblait plus simple pour comprendre les mécanismes mis en jeu. Avant de voir les effets de l'échauffement local sur le seuil d'apparition des décharges en configuration pointe-plan, des mesures de température à divers points de l'enceinte ont été réalisées et ont révélé un gradient très important de température entre le substrat et la pointe pourtant située à seulement 1 mm au dessus de la céramique. Ce gradient augmente avec la température et dépend également des propriétés du gaz considérés. L'échauffement local des gaz a permis de mettre en évidence une légère diminution du seuil d'apparition des décharges avec la température et ce quel que soit le gaz étudié. Après avoir envisagé plusieurs hypothèses, cette diminution a été attribuée à la diminution de la densité à proximité de la pointe. En effet l'échauffement local ne va pas entraîner une augmentation globale de la pression. Notre hypothèse est que les molécules vont s'espacer de plus en plus permettant d'augmenter le libre parcours des électrons qui acquièrent ainsi suffisamment d'énergie pour faire des collisions.

D'autres essais utilisant d'autres céramiques ont permis de mettre en évidence que le substrat, qu'il ait un comportement résistif ou capacitif, n'avait aucun impact sur le seuil d'apparition des décharges. Il en a toutefois un sur la signature des décharges une fois celles-ci créées comme on peut l'observer sur les signatures PRPD.

La variation de la distance inter-électrodes conduit à une diminution de la variation du seuil des décharges avec la température pour de faibles distances montrant ainsi tant le rôle de l'uniformité du champ électrique que de l'homogénéité de la température.

Les mêmes expériences ont été réalisées en chauffage global en mettant l'enceinte directement dans un four. Les résultats obtenus ont révélé une diminution encore plus importante du seuil d'apparition des décharges au delà de 200°C qui a été attribuée à une fuite aux températures les plus élevées. Pour les températures inférieures à 200°C , les seuils sont quasi-constants. Il semblerait donc que l'élévation de pression ne soit pas suffisamment importante pour augmenter de manière significative le seuil d'apparition des décharges ou alors qu'un autre phénomène entre en jeu réduisant le seuil d'apparition des décharges.

Concernant l'objectif principal de notre travail, que ce soit en chauffage local ou global, on pourrait penser que le gaz n'est pour le moment pas une solution viable aux problèmes d'isolation et d'encapsulation des futurs modules de puissance. Il est bon toutefois de nuancer ce propos, car la diminution de densité du gaz qui cause la chute du seuil n'est possible qu'à cause du gradient de température causé par le chauffage local dans notre enceinte. Or cette enceinte est de dimension beaucoup trop importante quand on la compare à un module de

puissance et elle peut favoriser les phénomènes de convection. Il est donc nécessaire avant de rejeter totalement la solution isolation gazeuse de l'envisager dans une enceinte de dimension plus réaliste et de vérifier si les phénomènes de couches limites et de convection présents dans ce volume vont ou non conduire aux mêmes résultats et si la pression va ici pouvoir jouer le rôle désiré. Il sera aussi intéressant de se rapprocher des structures utilisées dans les modules comme l'utilisation de DBC (structures moins contraignantes au niveau du champ) et voir si la nature de la décharge joue un rôle dans l'évolution du seuil d'apparition des décharges avec la température. Concernant le chauffage global, il est absolument primordial de pouvoir être sûr de l'étanchéité de l'enceinte à haute température. Il serait également intéressant de pouvoir suivre en temps réel l'évolution de la pression et de la température à l'intérieur de l'enceinte afin d'être dans les bonnes conditions pour détecter les décharges. A ce propos, il convient en plus de l'analyse des signatures PRPD qui permettent d'avoir une idée du type de décharge à l'intérieur de l'enceinte, d'avoir une visualisation optique permettant de localiser la décharge et pouvoir distinguer si un changement dans leur nature se produit avec la température.

C'est selon nous en suivant ces différents axes que devraient se poursuivre ces travaux.

Bibliographie

[Abdel-Salam and Allen, 2005] M. Abdel-Salam and N.L. Allen. Onset voltage of positive glo corona i rod-plane gaps as influenced by temperature. *Science, Measurement and Technology, IEE Proceedings* -, 152(5) :227–232, Sept 2005. ISSN 1350-2344. doi : 10.1049/ip-smt:20045024.

[Allen and Kong, 2006] N.L. Allen and J. C P Kong. Positive corona inception in air at elevated temperatures. *Science, Measurement and Technology, IEE Proceedings*, 153(1) : 31–38, Jan 2006. ISSN 1350-2344. doi : 10.1049/ip-smt:20045049.

[Amro et al., 2005] R. Amro, J. Lutz, J. Rudzki, M. Thoben, and A. Lindemann. Double-sided low-temperature joining technique for power cycling capability at high temperature. In *Power Electronics and Applications, 2005 European Conference on*, pages 10 pp.–P.10, 2005. doi : 10.1109/EPE.2005.219523.

[Arshad et al., 2008] M. K. Md Arshad, Fung L. M., M. N. M. Noor, and U. Hashim. Characterization of intermetallic growth of gold ball bonds on aluminium pads. *International Journal of Mechanical and Materials Engineering*, 3 :187–197, 2008.

[Bai et al., 2004] J.G. Bai, J.N. Calata, and Guo-Quan Lu. Comparative thermal and thermomechanical analyses of solder-bump and direct-solder bonded power device packages having double-sided cooling capability. In *Applied Power Electronics Conference and Exposition, 2004. APEC '04. Nineteenth Annual IEEE*, volume 2, pages 1240–1246 vol.2, 2004. doi : 10.1109/APEC.2004.1295981.

[Breit et al., 2001] F. Breit, T. Lebey, S. Agnel, and A. Toureille. Investigations on dc conductivity of aln. In *Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2001 Annual Report. Conference on*, pages 71 –74, 2001. doi : 10.1109/CEIDP.2001.963491.

[Buttay et al., 2007] C. Buttay, J. Rashid, C.M. Johnson, F. Udrea, G. Amaratunga, P. Ireland, and R.K. Malhan. Compact inverter designed for high-temperature operation. In *Power Electronics Specialists Conference, 2007. PESC 2007. IEEE*, pages 2241–2247, 2007. doi : 10.1109/PESC.2007.4342357.

[Chen et al., 2008] Yuan Chen, L. Del Castillo, N. Aranki, C. Assad, M. Mazzola, M. Mojaradi, and E. Kolawa. Reliability assessment of high temperature electronics and packaging technologies for venus mission. In *Reliability Physics Symposium, 2008. IRPS 2008. IEEE International*, pages 641–642, 2008. doi : 10.1109/RELPHY.2008.4558966.

[Coelho and Bouguila, 1988] R Coelho and N Bouguila. Sur le contact métal-isolant. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 23(9) :1467, 1988. URL <http://dx.doi.org/10.1051/rphysap:019880023090146700>.

[Coelho et al., 1986] R Coelho, L Levy, and D Sarraill. On the natural decay of corona charged insulating sheets. *physica status solidi*, 94(9) :289–298, 1986. URL <http://stacks.iop.org/0022-3727/22/i=9/a=029>.

[Coelho et al., 1989] R Coelho, L Levy, and D Sarraill. Charge decay measurements and injection in insulators. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 22(9) :1406, 1989. URL <http://stacks.iop.org/0022-3727/22/i=9/a=029>.

[Coppola et al., 2007] L. Coppola, D. Huff, F. Wang, R. Burgos, and D. Boroyevich. Survey on high-temperature packaging materials for sic-based power electronics modules. In *Power Electronics Specialists Conference, 2007. PESC 2007. IEEE*, pages 2234–2240, 2007. doi : 10.1109/PESC.2007.4342356.

[Crisci et al., 1998] A. Crisci, B. Gosse, J-P. Gosse, and V. Ollier-DurÃ©ault. Surface-potential decay due to surface conduction. *The European Physical Journal - Applied Physics*, 4 :107–116, 10 1998. ISSN 1286-0050. doi : 10.1051/epjap:1998249. URL http://www.epjap.org/action/article_S1286004298002493.

[Devins, 1980] J.C. Devins. Replacement gases for sf6. *Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, EI-15(2) :81 –86, april 1980. ISSN 0018-9367. doi : 10.1109/TEI.1980.298243.

[Draper and Palmer, 1979] Bruce L. Draper and D. Palmer. Extension of high-temperature electronics. *Components, Hybrids, and Manufacturing Technology, IEEE Transactions on*, 2 (4) :399–404, 1979. ISSN 0148-6411. doi : 10.1109/TCHMT.1979.1135491.

[Dupond, 2006] L. Dupond. *Contribution à l'étude de la durée de vie des assemblages de puissance dans des environnements haute température et avec des cycles thermiques de grande amplitude*. PhD thesis, Ecole Normale Supérieure de Cachan - ENS Cachan, 2006.

[Fillion et al., 1994] R. Fillion, R. Wojnarowski, T. Gorczyca, E. Wildi, and H. Cole. Development of a plastic encapsulated multichip technology for high volume, low cost commercial electronics. In *Electronic Components and Technology Conference, 1994. Proceedings., 44th*, pages 805–809, 1994. doi : 10.1109/ECTC.1994.367578.

[Fowler and Nordheim, 1928] R. H. Fowler and L. Nordheim. Electron Emission in Intense Electric Fields. *Royal Society of London Proceedings Series A*, 119 :173–181, May 1928. doi : 10.1098/rspa.1928.0091.

[Frenkel, 1938] J. Frenkel. On Pre-Breakdown Phenomena in Insulators and Electronic Semiconductors. *Physical Review*, 54 :647–648, October 1938. doi : 10.1103/PhysRev.54.647.

[Funaki et al., 2007] T. Funaki, J.C. Balda, J. Junghans, A.S. Kashyap, H.A. Mantooth, F. Barlow, T. Kimoto, and T. Hikihara. Power conversion with sic devices at extremely high ambient temperatures. *Power Electronics, IEEE Transactions on*, 22(4) :1321–1329, 2007. ISSN 0885-8993. doi : 10.1109/TPEL.2007.900561.

[Grummel et al., 2008] B. Grummel, R. McClure, Lei Zhou, A.P. Gordon, L. Chow, and Z.J. Shen. Design consideration of high temperature sic power modules. In *Industrial Electronics, 2008. IECON 2008. 34th Annual Conference of IEEE*, pages 2861 –2866, nov. 2008. doi : 10.1109/IECON.2008.4758413.

[Hikita et al., 2008] M. Hikita, S. Ohtsuka, S. Okabe, and S. Kaneko. Insulation characteristics of gas mixtures including perfluorocarbon gas. *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, 15(4) :1015 –1022, august 2008. ISSN 1070-9878. doi : 10.1109/TDEI.2008.4591222.

[Holtzhausen et al., 2010] J.P. Holtzhausen, P. J. Pieterse, and H.J. Vermeulen. Investigation of the effect of conductor temperature on ac power line corona. In *High Voltage Engineering and Application (ICHVE), 2010 International Conference on*, pages 96–99, Oct 2010. doi : 10.1109/ICHVE.2010.5640855.

[Hornberger et al., 2005] J. Hornberger, S. Mounce, R. Schupbach, B. McPherson, H. Mustain, A. Mantooth, W. Brown, and A.B. Lostetter. High-temperature integration of silicon carbide (sic) and silicon-on-insulator (soi) electronics in multichip power modules (mcpms). In *Power Electronics and Applications, 2005 European Conference on*, pages 10 pp.–P.10, 2005. doi : 10.1109/EPE.2005.219683.

[Hvims, 1995] H. Hvims. Conductive adhesives for smt and potential applications. *Components, Packaging, and Manufacturing Technology, Part B : Advanced Packaging, IEEE Transactions on*, 18(2) :284–291, May 1995. ISSN 1070-9894. doi : 10.1109/96.386263.

[Ieda et al., 1967] Masayuki Ieda, Goro Sawa, and Ukichi Shinohara. A decay process of surface electric charges across polyethylene film. *Japanese Journal of Applied Physics*, 6(6) : 793–794, 1967. doi : 10.1143/JJAP.6.793. URL <http://jjap.jsap.jp/link?JJAP/6/793/>.

[Jain et al., 2008] Heena Jain, S. Rajawat, and Puja Agrawal. Comparison of wide band gap semiconductors for power electronics applications. In *Recent Advances in Microwave Theory and Applications, 2008. MICROWAVE 2008. International Conference on*, pages 878 –881, nov. 2008. doi : 10.1109/AMTA.2008.4763184.

[Katsis and Zheng, 2008] D.C. Katsis and Yunqi Zheng. Development of an extreme temperature range silicon carbide power module for aerospace applications. In *Power Electronics Specialists Conference, 2008. PESC 2008. IEEE*, pages 290–294, 2008. doi : 10.1109/PESC.2008.4591943.

[Khazaka et al., 2011] R. Khazaka, S. Diaham, M. L Locatelli, C. Trupin, and B. Schlegel. Thermal and thermo-oxidative aging effects on the dielectric properties of thin polyimide films coated on metal substrate. In *Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP), 2011 Annual Report Conference on*, pages 52–55, Oct 2011. doi : 10.1109/CEIDP.2011.6232594.

[Kim et al., 2004] C.-S. Kim, T. Kondo, and T. Mizutani. Change in pd pattern with aging. *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, 11(1) :13–18, Feb 2004. ISSN 1070-9878. doi : 10.1109/TDEI.2004.1266311.

[Kimoto, 2013] T. Kimoto. Ultrahigh-voltage sic devices for future power infrastructure. In *Solid-State Device Research Conference (ESSDERC), 2013 Proceedings of the European*, pages 22–29, Sept 2013. doi : 10.1109/ESSDERC.2013.6818812.

[Lebey et al., 2010] T. Lebey, I. Omura, M. Kozako, H. Kawano, and M. Hikita. High temperature high voltage packaging of wideband gap semiconductors using gas insulating medium. In *Power Electronics Conference (IPEC), 2010 International*, pages 180 –186, june 2010. doi : 10.1109/IPEC.2010.5543854.

[Malec et al., 1998] D. Malec, V. H. Truong, R. Essolbi, and T. G. Hoang. Carrier mobility in ldpe at high temperature and pressure. *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, 5(2) :301–303, Apr 1998. ISSN 1070-9878. doi : 10.1109/94.671969.

[Malik and Qureshi, 1979] N.H. Malik and A.H. Qureshi. A review of electrical breakdown in mixtures of sf6 and other gases. *Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, EI-14(1) :1 –13, feb. 1979. ISSN 0018-9367. doi : 10.1109/TEI.1979.298198.

[Matsuda et al., 1997] H. Matsuda, M. Hiyoshi, and N. Kawamura. Pressure contact assembly technology of high power devices. In *Power Semiconductor Devices and IC's, 1997. ISPSD '97., 1997 IEEE International Symposium on*, pages 17–24, 1997. doi : 10.1109/ISPSD.1997.601422.

[Min et al., 2012a] Daomin Min, Mengu Cho, A.R. Khan, and Shengtao Li. Charge transport properties of dielectrics revealed by isothermal surface potential decay. *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, 19(4) :1465 –1473, august 2012a. ISSN 1070-9878. doi : 10.1109/TDEI.2012.6260024.

[Min et al., 2012b] Daomin Min, Mengu Cho, A.R. Khan, and Shengtao Li. Surface and volume charge transport properties of polyimide revealed by surface potential decay with genetic algorithm. *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, 19(2) :600 –608, april 2012b. ISSN 1070-9878. doi : 10.1109/TDEI.2012.6180255.

[Molinie and Llovera, 2000] P. Molinie and P. Llovera. Surface potential measurements : Implementation and interpretation. In *Dielectric Materials, Measurements and Applications, 2000. Eighth International Conference on (IEE Conf. Publ. No. 473)*, pages 253–258, 2000. doi : 10.1049/cp:20000514.

[Molinie et al., 1995] P Molinie, M Goldman, and J Gatellet. Surface potential decay on corona-charged epoxy samples due to polarization processes. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 28(8) :1601, 1995. URL <http://stacks.iop.org/0022-3727/28/i=8/a=009>.

[Mott and Gurney, 1940] N. F. Mott and R. W. Gurney. *Electronics Processes in Ionic Crystals*. Oxford : Clarendon Press, 1940, 1940.

[Mustain et al., 2005] H.A. Mustain, A.B. Lostetter, and W.D. Brown. Evaluation of gold and aluminum wire bond performance for high temperature (500 deg ;c) silicon carbide (sic) power modules. In *Electronic Components and Technology Conference, 2005. Proceedings. 55th*, pages 1623–1628 Vol. 2, 2005. doi : 10.1109/ECTC.2005.1442008.

[Neudeck et al., 2002] P.G. Neudeck, R.S. Okojie, and Liang-Yu Chen. High-temperature electronics - a role for wide bandgap semiconductors? *Proceedings of the IEEE*, 90(6) :1065 – 1076, jun 2002. ISSN 0018-9219. doi : 10.1109/JPROC.2002.1021571.

[Neuhaus and Senturia, 1988] H.J. Neuhaus and S.D. Senturia. Space-charge modified transients in polyimide. In *Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 1988. Annual Report., Conference on*, pages 454–459, Oct 1988. doi : 10.1109/CEIDP.1988.26372.

[Ning et al., 2010] Puqi Ning, T.G. Lei, Fei Wang, Guo-Quan Lu, K. D T Ngo, and K. Rajashekara. A novel high-temperature planar package for sic multichip phase-leg power module. *Power Electronics, IEEE Transactions on*, 25(8) :2059–2067, 2010. ISSN 0885-8993. doi : 10.1109/TPEL.2010.2046498.

[Occhionero et al., 1999] M.A. Occhionero, R.A. Hay, R.W. Adams, and K.P. Fennessy. Cost-effective manufacturing of aluminium silicon carbide (alsic) electronic packages. In *Advanced Packaging Materials : Processes, Properties and Interfaces, 1999. Proceedings. International Symposium on*, pages 118–124, Mar 1999. doi : 10.1109/ISAPM.1999.757298.

[Pala et al., 2014] V. Pala, E.V. Brunt, Lin Cheng, M. O’Loughlin, J. Richmond, A. Burk, S.T. Allen, D. Grider, J.W. Palmour, and C.J. Scozzie. 10 kv and 15 kv silicon carbide power mosfets for next-generation energy conversion and transmission systems. In *Energy Conversion Congress and Exposition (ECCE), 2014 IEEE*, pages 449–454, Sept 2014. doi : 10.1109/ECCE.2014.6953428.

[Papoular, 1963] R. Papoular. *Phénomène Electriques dans les gaz*. 1963.

[Paschen, 1889] F. Paschen. *Ueber die zum Funkenübergang in Luft, Wasserstoff und Kohlensäure bei verschiedenen Drucken erforderliche Potential differenz*, volume 273. *Annalen der Physik*, 1889.

[Peek Jr., 1920] F. W. Peek Jr. *Dielectric Phenomena in High Volateg Engineering*. Mc Graw-Hill Book Company, Inc, 1920.

[Pelissou et al., 1988] S. Pelissou, H. St-Onge, and M.R. Wertheimer. Electrical conduction of polyethylene below and above its melting point. *Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, 23(3) :325–333, Jun 1988. ISSN 0018-9367. doi : 10.1109/14.2372.

[Raynaud et al., 2010] Christophe Raynaud, Dominique Tournier, Hervé Morel, and Dominique Planson. Comparison of high voltage and high temperature performances of wide bandgap semiconductors for vertical power devices. *Diamond and Related Materials*, 19(1) : 1 – 6, 2010. ISSN 0925-9635. doi : <http://dx.doi.org/10.1016/j.diamond.2009.09.015>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925963509002593>.

[Rose, 1955] A. Rose. Space-charge-limited currents in solids. *Phys. Rev.*, 97 :1538–1544, Mar 1955. doi : 10.1103/PhysRev.97.1538. URL <http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRev.97.1538>.

[Sato et al., 1996] S. Sato, M. Tsukiji, and K. Kimura. Breakdown characteristics of hydro-fluorocarbons in gas phase. In *Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 1996. IEEE 1996 Annual Report of the Conference on*, volume 2, pages 614 –617 vol.2, oct 1996. doi : 10.1109/CEIDP.1996.564545.

[Schottky, 1914] W.Z. Schottky. *Phys Rev* 15, page 872, 1914.

[Schulz-Harder, 2000] J. Schulz-Harder. Dbc substrates as a base for power mcm's. In *Electronics Packaging Technology Conference, 2000. (EPTC 2000). Proceedings of 3rd*, pages 315–320, 2000. doi : 10.1109/EPTC.2000.906393.

[Schulz-Harder, 2008] Juergen Schulz-Harder. Review on highly integrated solutions for power electronic devices. In *Integrated Power Systems (CIPS), 2008 5th International Conference on*, pages 1–7, 2008.

[Spry et al., 2004] David Spry, Philippe Neudeck, Robert Okojie, Liang-Yu Chen, Glenn Behn, Roger Mederith, Wolfgang Mueller, and Terry Ferrier. Electrical operation of 6h-sic mesfet at 500 °c for 500 hours in air ambient. In *IMAPS International High Temperature Electronics Conference*, 2004.

[Sugawara et al., 2002] Y. Sugawara, D. Takayama, K. Asano, R. Singh, H. Kodama, S. Ogata, and T. Hayashi. 3 kv 600 a 4h-sic high temperature diode module. In *Power Semiconductor Devices and ICs, 2002. Proceedings of the 14th International Symposium on*, pages 245–248, 2002. doi : 10.1109/ISPSD.2002.1016217.

[Ségui, 2000] Y. Ségui. *Matériaux isolants en électrotechnique*, volume base documentaire : 42255210. Editions T.I., 2000. fre.

[Talbi et al., 2007] Fatiha Talbi, Fadila Lalam, and David Malec. Dc conduction of al₂o₃ under high electric field. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 40(12) :3803, 2007. URL <http://stacks.iop.org/0022-3727/40/i=12/a=037>.

[Welch et al., 2005] III Welch, W., Junseok Chae, Sang-Hyun Lee, N. Yazdi, and K. Najafi. Transient liquid phase (tlp) bonding for microsystem packaging applications. In *Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, 2005. Digest of Technical Papers. TRANSDUCERS '05. The 13th International Conference on*, volume 2, pages 1350–1353 Vol. 2, June 2005. doi : 10.1109/SENSOR.2005.1497331.

[Williams and Johnson, 2006] J.R Williams and R.W Johnson. Contact metallization and packaging technology development for sic bipolar junction transistors, pin diodes, and

schottky diodes designed for long-term operations at 350°C. Technical report, AIR FORCE RESEARCH LABORATORY, 2006.

[Xing et al., 2009] Weijun Xing, Kang Li, Guoqiang Zhang, Wenhao Niu, Xin Wang, and Yingying Wang. Partial discharge performances under non-uniform electric field in gas mixtures with small fluorocarbons. In *Electrical Machines and Systems, 2009. ICEMS 2009. International Conference on*, pages 1–4, nov. 2009. doi : 10.1109/ICEMS.2009.5382639.

[Xu et al., 2012] Hairui Xu, Li Wang, Guangli Zhao, Wei Zhang, Zhu Zhan, Yaxu Cao, and Huidong Jia. Research on environmental factors of positive dc corona inception voltage of overhead transmission lines. In *Electricity Distribution (CICED), 2012 China International Conference on*, pages 1–7, Sept 2012. doi : 10.1109/CICED.2012.6508494.

[Yamamoto et al., 1989] H. Yamamoto, Y. Kurokawa, Y. Shimada, and T. Kamata. Metalization development and application for aluminum nitride substrates. In *Electronic Components Conference, 1989. Proceedings., 39th*, pages 23–28, 1989. doi : 10.1109/ECC.1989.77723.

[Yamamoto et al., 2001] O. Yamamoto, T. Takuma, S. Hamada, Y. Yamakawa, and M. Yashima. Applying a gas mixture containing c-c4f8 as an insulation medium. *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, 8(6) :1075–1081, dec 2001. ISSN 1070-9878. doi : 10.1109/94.971467.

[Yin et al., 2007] Jian Yin, Zhenxian Liang, and J.D. van Wyk. High temperature embedded sic chip module (ecm) for power electronics applications. *Power Electronics, IEEE Transactions on*, 22(2) :392–398, march 2007. ISSN 0885-8993. doi : 10.1109/TPEL.2006.889901.

Annexe A

Processus de fabrication de nos échantillons DBC

Le masquage

Dans un premier temps, il faut, afin de pouvoir graver chimiquement le cuivre, effectuer un masquage des différentes parties qui ne seront pas exposées. C'est pourquoi des masques ont été réalisés en utilisant le logiciel de CAO Autocad et imprimés sur du papier plastique transparent.

Le lamineur

La plaque DBC est enveloppée par deux films photosensibles positifs (T215 Dupond de 38 μm). Ceci est réalisé à l'aide du lamineur de la figure A.1).



FIGURE A.1 – Photographie du Lamineur

L'insolateur

Après 15 min d'attente dans le noir, le film couvrant l'échantillon est passé à l'insolateur sous vide (voir figure A.2) pendant 20s sur chacune des faces puis laissé au repos pendant 10 min.



FIGURE A.2 – Photographie de l'insolateur sous vide

Révélateur et Attaque chimique

Le substrat est ensuite plongé dans une solution de carbonate de calcium. À ce stade, une partie du film s'est désagrégée laissant entrevoir le cuivre nu.

L'avant dernière étape est l'attaque chimique par du perchlorure de fer. Le substrat est alors positionné sur un support prêt à être "plongé" dans le bain de perchlorure de fer (voir figure A.3).



a)



b)

FIGURE A.3 – Photographie du bain de perchlorate de fer a) vue d'ensemble b) vue du bain

Un dispositif permet de passer d'une cuve contenant la solution à une autre contenant de l'eau désionisée sans sortir l'échantillon. La température du bain est maintenue à 30°C pendant toute la durée des expériences. Afin de limiter l'undercut (solution qui va finir par creuser la partie inférieure du cuivre), le jet est maintenu pendant 1 min 30s puis éteint. Si la solution n'a pas encore été souillée, 35 μm de cuivre environ ont pu être enlevés. L'échantillon est nettoyé à l'eau désionisée puis pivoté de 90° afin de nettoyer de nouvelles zones jusque là inaccessible mais aussi afin de limiter l'undercut. L'opération est renouvelée jusqu'à disparition totale du cuivre.

La microtrancheuse

La toute dernière étape est la séparation des échantillons à l'aide d'une microtrancheuse diamantée (voir figure A.4).

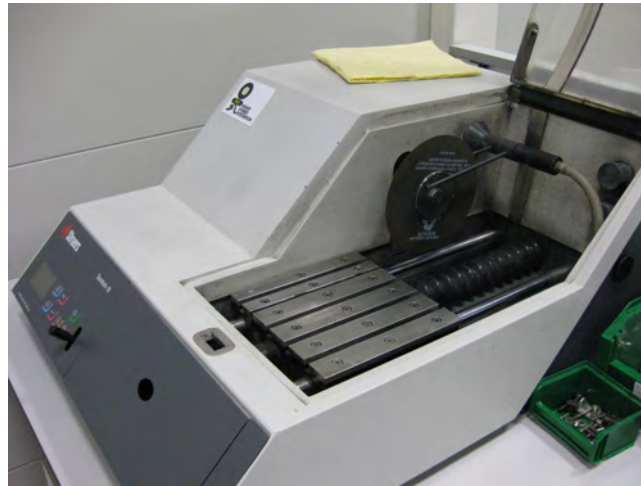


FIGURE A.4 – Photographie de la microtrancheuse

Des difficultés ont été rencontrées durant cette dernière étape. En effet, enlever une partie du cuivre et découper la plaque a eu pour conséquence de relaxer les contraintes mécaniques qu'avait subi le substrat durant sa fabrication. Cette relaxation des contraintes a provoqué la fissure ou la cassure des échantillons si bien que seulement 4 échantillons sur 12 ont pu être récupérés.

AUTEUR : Laurent ROSKE

DIRECTEUR DE THESE : Thierry LEBEY

CODIRECTEUR DE THESE : Jean-Pascal CAMBRONNE

LIEU ET DATE DE LA SOUTENANCE : Toulouse, le 27 avril 2015

DISCIPLINE ADMINISTRATIVE : Génie électrique

TITRE : *Packaging de composants grand gap haute température et haute tension*

RESUME : En électronique de puissance, un des principaux axes de recherche, concerne la montée en température. L'encapsulation et la passivation du module de puissance constituent, sous cette contrainte, des verrous technologiques. En effet, les matériaux polymères habituellement utilisés ne peuvent plus satisfaire des exigences en température fixée dans notre étude à 350°C sans pertes importantes de leurs propriétés diélectriques. L'isolation gazeuse a été alors envisagée et quelques résultats encourageants ont été dégagés.

Le seuil d'apparition des décharges dans des gaz est étudié en vue de leur utilisation dans des modules de puissance à haute température. Deux gaz ont été sélectionnés pour leurs propriétés diélectriques et leurs GWP faibles : l'octafluoropropane (C_3F_8) et l'octafluorocyclobutane ($c-C_4F_8$), l'azote (N_2) faisant référence pour comparaison. Au préalable, une étude sur les céramiques les plus utilisées à haute température est réalisée. Cette étude montre un changement du mécanisme de conduction de l'alumine et de l'AlN passant d'un régime capacitif à un régime résistif et modifiant au passage les propriétés de surface en facilitant l'écoulement des charges dans le volume du matériau tandis que le Si_3N_4 conserve un comportement capacitif et les charges en surface même à haute température. L'échauffement local des gaz met en évidence une diminution du seuil d'apparition des décharges avec la température et ce quel que soit le gaz étudié. La modification de la distance inter-électrodes permet de diminuer la variation du seuil d'apparition avec la température pour de faibles distances. Des expériences complémentaires ont été menées afin de comparer ces résultats à ceux obtenus lors d'un chauffage global. L'utilisation de gaz dans des packaging de puissance s'avère donc prometteuse mais demande une meilleure compréhension et maîtrise des mécanismes en jeu.

Mots-Clés : Packaging haute tension haute température, substrats céramiques, écoulements des charges, isolation gazeuse, gaz fluorocarbonés, chauffage local/global, seuil d'apparition des décharges.

TITLE : *Packaging of high temperature and high voltage wide-band gap components*

ABSTRACT : In power electronics, one of the main research topics concerns high temperature operation of the components. Under such a constraint, the encapsulation and the passivation of the semiconductors devices in power module appear as physical and technological bottleneck. As a matter of fact, usual polymeric materials are unable to endure the temperature requirements set out in our study (350 °C) without significant loss of their dielectric properties. Therefore, gas insulation is considered and encouraging results have been obtained. The Discharges Inception Voltage is studied for different gases that could be used in high temperature power modules. Thanks to their dielectric properties and their low GWP, two gases have been selected : octafluoropropane (C_3F_8) and octafluorocyclobutane ($c-C_4F_8$), nitrogen (N_2) being used as reference in this study. In a first step, the high temperature behaviors of the most widely used substrate materials (ceramics) are studied. A change of the conduction mechanism from a pure capacitive behavior (at low temperature) to a pure resistive one (at high temperature) is observed for both alumina and AlN samples. On the contrary, Si_3N_4 remains capacitive whatever the temperature. Such a behavior has an impact on the charges located at the surface. They disappear quickly for the two formers while they slowly decrease for the later. The field reinforcement associated to their existence and its impact on the DIV will not be the same. Whatever the gas under study, a local heating leads to a decrease in the DIV with temperature. A decrease of the distance between the two electrodes, leads to a decrease of the DIV changes vs Temperature. These results are compared to the measurements performed when the samples were uniformly heated. The use of gas in power packaging seems to be promising but it still needs a better understanding of the mechanisms involved.

Keywords : High temperature and high voltage packaging, ceramic substrates, charge flow, gas insulation, fluorocarbon gas, local/global heating, discharge inception voltage.
